

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-163223  
(43)Date of publication of application : 29.06.1993

(51)Int.Cl. C07C235/56  
A61K 31/19  
A61K 31/19  
A61K 31/19  
A61K 31/41  
C07D257/04

(21) Application number : 03-361584

(71)Applicant : YAMANOUCHI PHARMACEUT CO  
LTD

(22) Date of filing : 17.12.1991

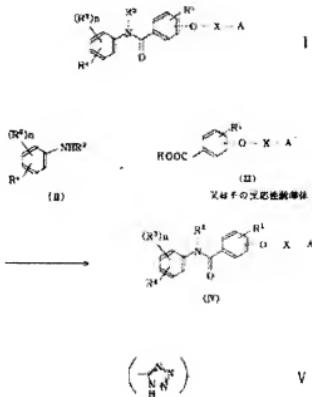
(72)Inventor : MASE TOSHIYASU  
IGARASHI SUSUMU  
NODA KAZUO  
KIMURA TAKENORI  
KAMITOKU HIROSHI

(54) NEW BENZANILIDE DERIVATIVE OR ITS SALT

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a new benzanilide derivative useful as a medicine, especially as a testosterone-5  $\alpha$ -reductase inhibitor for prostatic hypertrophy, etc.

**CONSTITUTION:** A compound expressed by formula I [A is carboxyl, formula V or CONH-B-R5 (B is single bond or alkylene; R5 is OH, carboxyl or CN); X is alkylene; R1 is H, alkyl, alkoxy or halogen; R2 is alkyl or H; R3 is alkyl, halogen or 4-isobutylbenzoyloxy; (n) is 0-4; R4 is substitutable alkyl or Y1-Y2-R6 (Y1 is O or CO; Y2 is single bond or alkylene; R6 is branched alkyl, alkenyl or phenyl), etc.] or its salt, e.g. 4-[0-[N-(*p*-phenoxyphenyl) carbamoyl]phenoxy]butanoic acid. A substituted aniline expressed by formula II is reacted with a compound expressed by formula III [A' is alkoxy carbonyl or CONH-B-COOR10 (R10 is alkyl)] and the ester residue is then removed from the resultant compound expressed by formula IV to afford the objective compound, expressed by formula I and having the carboxyl group.



(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-163223

(43)公開日 平成5年(1993)6月29日

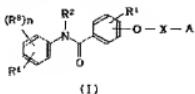
(51)Int.Cl. C 07 C 235/56 A 61 K 31/19 31/41	案別記号 ACV AED AEJ ADA	序内整理番号 7106-4H 8413-4C 7252-4C	F I	技術表示箇所
審査請求 未請求 請求項の数 1(全 90 頁) 最終頁に続く				
(21)出願番号 平成3年-361594	(71)出願人 山之内製薬株式会社			
(22)出願日 平成3年(1991)12月17日	京都府中央区日本橋本町2丁目3番11号 (72)発明者 鶴瀬 年康 千葉県松戸市二十世纪が丘丸山町81番地 (72)発明者 五十嵐 道 茨城県つくば市二の宮2-5-9 ルーミ 一筑波 318 (72)発明者 野田 一生 茨城県つくば市二の宮2-5-9 ルーミ 一筑波 331 (74)代理人 弁理士 長井 善三 (外1名)			
	最終頁に続く			

## (54)【発明の名称】 新規なベンズアニリド誘導体またはその塩

## (57)【要約】

【構成】 下記一般式(I)で示される、新規なベンズアニリド誘導体又はその塩

【化1】



【式中】 Aはカルボキシル基、テトラゾリル基

【化2】

【化2】



, または式-C(=O)-NH-B-R'で示される基(式中、Bは単結合又はアルキレン基を、R'は水酸基、カルボキシル基又はシアノ基を夫々意味する。)を、Xは直鎖又は分岐の低級アルキレン基を、R<sup>3</sup>は低級アルキル基

又は低級アルコキシ基またはハロゲン原子を、R<sup>1</sup>は同一又は異て低級アルキル基または水素原子を、R<sup>2</sup>は低級アルキル基、ハロゲン原子または4-イソブチルペニジルオキシ基を、(R<sup>3</sup>)<sub>n</sub>はフェニル基が間一又は異っていてもよい0～4個のR<sup>1</sup>基で置換されていることを、R<sup>3</sup>は水路基で置換されているてもよいアルキル基、式-Y<sub>1</sub>-Y<sub>2</sub>-R<sup>3</sup>で表わされる基、式-Y<sub>1</sub>-R<sup>3</sup>で表わされる基または式-Y<sub>1</sub>-R<sup>3</sup>で表される基を夫々意味する。】

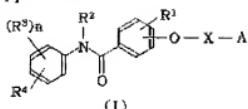
【効果】 医薬、特にテストステロン、5-α-リダクターゼ阻害剤として前立腺肥大症等に有用である。

(2) 特開平5-163223

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】一般式

## 【化1】

【式中、Aはカルボキシル基、テトラゾリル基  
【化2】

または式 $-CONH-B-R'$ で示される基（式中、Bは単結合又はアルキレン基を、R'は水素基、カルボキシル基又はシアノ基を夫々意味する。）を、Xは直鎖または分岐の低級アルキレン基を、R<sup>1</sup>は水素原子、低級アルキル基、低級アロキシン基またはハログン原子を、R<sup>2</sup>は同一又は異種の低級アルキル基または水素原子を、R<sup>3</sup>は低級アルキル基、ハログン原子または4-イソブチルベンジルオキシ基を、（R<sup>1</sup>）nはフェニル基が同一又は異っていてもよい0～4個のR<sup>1</sup>基で置換されていることを、R<sup>1</sup>は水素基で置換されていてもよいアルキル基、式-Y、-Y<sub>1</sub>、-R<sup>2</sup>で表わされる基（式中、Y、Y<sub>1</sub>は-O-又は

## 【化3】



を、Y<sub>1</sub>は単結合か、あるいは直鎖又は分岐のアルキレン基を、R<sup>2</sup>は分岐のアルキル基、アルケニル基又は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基を夫々意味する。但し、Y<sub>1</sub>が直鎖のアルキレン基で、R<sup>2</sup>が未置換のフェニル基である組み合せを除く。）、式-Y<sub>1</sub>、-R<sup>2</sup>で表わされる基（式中、Y<sub>1</sub>は式-(CH<sub>n</sub>)<sub>m</sub>N(R<sup>3</sup>)<sub>1-n</sub>、式-NR<sup>4</sup>(CH<sub>2</sub>)<sub>1-n</sub>、式-NR<sup>4</sup>CO-、または式-CO NR<sup>4</sup>）で示される基（式中nは1又は2を、1は0又は1を、R<sup>4</sup>は水素原子、アルキル基または4-イソブチルベンジル基を夫々意味する。）、R<sup>3</sup>は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基、ジフェニルメチル基または4-ブロモビルフェニルメチル基を夫々意味する。）または式-Y<sub>1</sub>、-R<sup>2</sup>で表わされる基（式中、Y<sub>1</sub>はビニレン基またはエチレン基を、R<sup>2</sup>は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基を夫々意味する。）を夫々意味する。】で示されるベンズアニリド誘導体又はその塩。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、医薬、特にテストステ

ロン 5 $\alpha$ -リダクターゼ阻害剤として有用なベンズアニリド誘導体に関する。

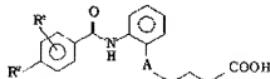
## 【0002】

【従来の技術】精巣および副性腺より分泌されるテストステロン（TS）は、アンドロジエン様の細胞に取り込まれたのも、細胞内に存在する5 $\alpha$ -リダクターゼの作用を受けてジヒドロテストステロン（DHT）に変更される。このようにして生成されたDHTは、前立腺肥大および前立腺癌の発生に密接な関係があると考えられている。さらに、男性型脱毛症、▲ざ▼疾や脂漏性の発生、亢進もDHTおよびTSの過剰が原因の1つであると考えられている。

【0003】この様な事から、TSがよりアンドロジエン活性の高いDHTに還元されるのを阻止する阻害物質の開発が行なわれてきたが、開発目的に合致する非ステロイドタイプの物質としては、下式【化4】で示されるベンズアニリド誘導体が知られている（特開平1-139558号）。

## 【0004】

## 【化4】



【0005】（なお、式中のR<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>およびA基の定義については上記公報参照）。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】今回、本発明者は、上記誘導体とは構造を異にする、下記一般式（I）で示されるベンズアニリド誘導体に強いテストステロン 5 $\alpha$ -リダクターゼ阻害作用があることを認め、本発明を完成した。

【0007】なお、特開昭62-502685号には、一般式

## 【0008】

## 【化5】



【0009】（なお、一般式中の記号の意味については上記公報参照）で示される化合物が記載されており、この一般式の化合物は、本発明と同様なベンズアニリド誘導体を包含している。しかし、同公報にはこれらの化合物のSRS-A結合作用が記載されているだけで、テストステロン 5 $\alpha$ -リダクターゼ阻害作用については報告がない。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、つぎの一般式（I）で表わされるベンズアニリド誘導体ま

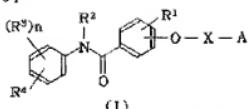
(3) 特開平5-163223

4

たはその塩である。

【0011】

【化6】



【0012】〔式中、Aはカルボキシル基、テトラブリル基〕

【0013】

【化7】



【0014】または式 $-CONH-B-R'$ で示される基〔式中、Bは単結合又はアルキレン基を、R'は水酸基、カルボキシル基又はシアン基を夫々意味する。〕を、Xは直鎖又は分岐の低級アルキレン基を、R'は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を、R'は低級アルキル基、ハログン原子または4-イソブチルベンジルオキシ基を、(R')にはフェニル基が同一又は異ってもよい0~4個のR'基で置換されていることを、R'は水酸基で置換されていてもよいアルキル基、式-Y<sub>1</sub>-Y<sub>2</sub>-R''で表わされる基〔式中、Y<sub>1</sub>は-O-又は

【0015】

【化8】



【0016】を、Y<sub>2</sub>は単結合か、あるいは直鎖又は分岐のアルキレン基を、R''は分岐のアルキル基、アルケニル基又は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基を夫々意味する。但し、Y<sub>2</sub>は直鎖の低級アルキレン基で、R''が未置換のフェニル基である組み合せを除く。〕、式-Y<sub>1</sub>-Y<sub>2</sub>-R''で表わされる基〔式中、Y<sub>1</sub>は式 $-(CH_2)_mNR^a-$ 、式-NR<sup>a</sup>-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-、式-NR<sup>a</sup>'CO-、または式-CO NR<sup>a</sup>-で示される基〔式中mは1又は2を、1以上mは1を、R<sup>a</sup>は水素原子、アルキル基または4-イソブチルベンジル基を夫々意味する。〕、R<sup>a</sup>'は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基、フェニルメチル基またはビス(4-プロピオルフェニル)メチル基を夫々意味する。〕または式-Y<sub>1</sub>-Y<sub>2</sub>-R''で表わされる基〔式中、Y<sub>1</sub>はビニレン基またはエチレン基を、R''は低級アルキル基で置換されていてもよいフェニル基を夫々意味する。〕を夫々意味する。〕

【0017】すなわち、本発明は上記一般式〔(1)〕で示されるベンズアニリド誘導体又はその塩を発明の構成とし、その提供を目的とする。以下に本発明化合物について詳細に説明する。本明細書の一般式の定義において、特に断らない限り、「低級」なる用語は炭素数が1乃至6個の直鎖または分岐状の炭素鎖を意味する。

【0018】したがって、「低級アルキル基」としては、具体的には例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ベンチル(アル)基、イソベンチル基、オオベンチル基、tert-ベンチル基、1-メチルブチル基、2-メチルブチル基、

1, 2-ジメチルブロピル基、ヘキシル基、イソオキシル基、1-メチルベンチル基、2-メチルベンチル基、3-メチルベンチル基、1, 1-ジメチルブチル基、1, 2-ジメチルブチル基、1, 3-ジメチルブチル基、2, 3-ジメチルブチル基、3, 3-ジメチルブチル基、1-エチルブチル基、2-エチルブチル基、1, 1, 2-トリメチルブロピル基、1, 2, 2-トリメチルブロピル基、1-エチル-1-メチルブロピル基、1-エチル-2-メチルブロピル基等が挙げられる。

【0019】また、「低級アルコキシ基」としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、イソプロポキシ基、ブキシ基、イソブキシ基、sec-ブキシ基、tert-ブキシ基、ベンチルオキシ(アミルオキシ)基、イソベンチルオキシ基、tert-ベンチルオキシ基、オオベンチルオキシ基、2-メチルブチルキシ基、1, 2-ジメチルブロポキシ基、1-エチルブロポキシ基等が挙げられる。

【0020】さらに「低級アルキレン基」としては、メチレン基、エチレン基、メチルメチレン基、トリメチレン基、1-メチルエチレン基、2-メチルメチレン基、テトラメチレン基、1-メチルトリメチレン基、2-メチルトリメチレン基、1-エチルエチレン基、2-エチルエチレン基、ベンタメチレン基、1-メチルテトラメチレン基、2-メチルテトラメチレン基、3-メチルテトラメチレン基、4-メチルテトラメチレン基、ヘキサメチレン基等が挙げられ、「アルキレン基」としては、上記「低級アルキレン基」の具体的に加えて、ヘプタメチレン基、1-メチルヘキサメチレン基、1, 1-ジメチルヘキサメチレン基、2, 2-ジメチルヘキサメチレン基、3, 3-ジメチルヘキサメチレン基、4, 4-ジメチルヘキサメチレン基、5, 5-ジメチルヘキサメチレン基、1, 1, 1, 4-トリメチルテトラメチレン基、1, 1, 2-トリメチルテトラメチレン基、1, 1, 2-2-メチルトリメチレン基、1, 1, 3-2-メチルトリメチレン基、1, 1, 3-3-テトラメチルトリメチレン基、1, 1-ジメチル-2-エチルトリメチレン基、1, 1-ジメチル-3-エチルトリメチ

## (4) 特開平5-163223

5

ン基、オクタメチレン基、1-メチルヘプタメチレン基、ノナメチレン基、1-メチルオクタメチレン基、1-ジメチルヘプタメチレン基、デカメチレン基、1-メチルノナメチレン基、1-ジメチルオクタメチレン基、ウニメチラメチレン基、1-メチルデカメチレン基、1-ジメチルノナメチレン基、ドекаметилен基、1-ジメチルデカメチレン基等が挙げられる。

【0021】「水酸基で置換されていてもよいアルキル基」は、「アルキル基」及び「ヒドロキシ置換アルキル基」の相方を意味する。ここに、「アルキル基」は、炭素数が1～10個の直鎖又は分岐状のものが好適であり、具体的には上記「低級アルキル基」の具體例に加えて、さらにヘプチル基、5-メチルヘキシル基、オクチル基、6-メチルヘプチル基、ノニル基、7-メチルオクチル基、デシル基、8-メチルノニル基等が挙げられる。

【0022】「ヒドロキシ置換アルキル基」は、前記「低級アルキル基」または「アルキル基」の任意の水素原子が水酸基で置換された基を意味し、具体的には上記ヒドロキシメチル基、2-ヒドロキシエチル基、3-ヒドロキシプロピル基、2-ヒドロキシプロピル基、2-ヒドロキシ-1-メチルエチル基、4-ヒドロキシプロピル基、3-ヒドロキシブチル基、2-ヒドロキシブチル基、3-ヒドロキシ-2-メチルプロピル基、5-ヒドロキシベンチル基、6-ヒドロキシヘキシル基、7-ヒドロキシヘプチル基、8-ヒドロキシオクチル基、9-ヒドロキシノニル基、10-ヒドロキシデシル基等が挙げられる。

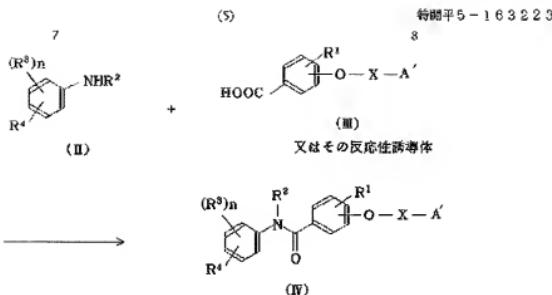
【0023】また、「アルケニル基」とは炭素数が2乃至12個の直鎖又は分岐状のアルケニル基を意味し、具体的にはビニル基、アリル基、1-プロペニル基、イソプロペニル基、1-ブチニル基、2-ブチニル基、3-ブチニル基、2-メチル-1-ブロペニル基、2-メチルアリル基、1-メチル-1-ブロペニル基、1-メチルアリル基、1-1-ジメチルビニル基、1-ヘンテニル基、2-ヘンテニル基、3-ヘンテニル基、4-ヘンテニル基、3-エチル-1-ブチニル基、3-メチル-1-ブチニル基、3-メチル-2-ブチニル基、3-メチル-3-ブチニル基、2-メチル-3-ブチニル基、1-メチル-1-ブチニル基、1-メチル-2-ブチニル基、1-メチル-3-ブチニル基等が挙げられる。

【0024】「ヒドロキシ置換アルキル基」は、前記「低級アルキル基」または「アルキル基」の任意の水素原子が水酸基で置換された基を意味し、具体的にはヒドロキシメチル基、2-ヒドロキシエチル基、3-ヒドロキシプロピル基、2-ヒドロキシプロピル基、2-ヒドロキシ-1-メチルエチル基、4-ヒドロキシプロピル基、3-ヒドロキシブチル基、2-ヒドロキシブチル基、3-ヒドロキシ-2-メチルプロピル基、5-ヒドロキシベンチル基、6-ヒドロキシヘキシル基、7-ヒドロキシヘプチル基、8-ヒドロキシオクチル基、9-ヒドロキシノニル基、10-ヒドロキシデシル基等が挙げられる。

【0025】(製法) 本発明化合物は、その基本骨格あるいは置換基の構造に基づく特徴を利用し、種々の合成法を適用して製造することができる。以下にその代表的な製法を示す。

## 【0025】第1製法

## 【化9】



〔0026〕〔式中、 $R^2 \sim R^4$ 、Xは前記と同じ意味を有し、 $A'$ はアルコキシカルボニル基または式 $-CO-NH-B-COOR'$ で示される基（式中、Bは前記と同じ意味を有し、 $R'$ は低級アルキル基を意味する。）を先々意味する。〕

本発明化合物中、一般式(I)で示される化合物は、一般式(II)で示される置換アニリンと、一般式(III)で示されるカルボン酸又はその反応性誘導体とを反応させることにより製造される。

【0027】化合物(III)の反応性誘導体としては酸クロライド、酸プロマイドの如き酸ハライド、酸アブリド、N-ヒドロキシベンゾテトラアルコールやN-ヒドロキシケンシミドとの活性エチルアリール、アルキル炭酸との混合酸無水物、p-トルエンスルホン酸銀塩無水物の混合酸無水物等が挙げられる。

〔10028〕反応は化合物(II)と化合物(III)又はその反応性誘導体とをほぼ等モルあるいは一方を過剰量とし

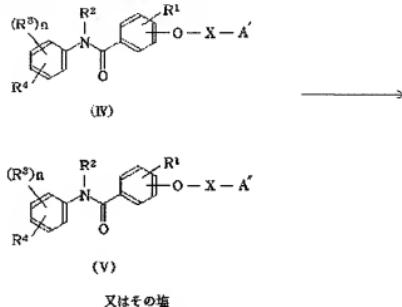
\*で用い、反応に不活性な有機溶媒、例えば、ピリジン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エーテル、ベンゼン、トルエン、キシレン、メチレンクロライド、ジクロロエタン、クロロホルム、N,N-ジメチルホルムアミド、酢酸エチル、アセトニトリル等の溶媒中で行なわれる。

〔0029〕反応性誘導体の種類によっては反応に際に、トリエチルアミン、ピリジン、ビコリン、ルチジン、N-メチルアセチルアミンや炭酸カリウム、水酸化ナトリウム等の塩基を添加するが反応を円滑に進行させる上で有利な場合がある。ピリジンは溶媒を含むとともにできる。反応温度は、反応性誘導体の種類によって異なり、特に固定されない。

第2講法

[0030]

30 [た 1 0]



[0031] [式中,  $R^1 \sim R^4$ , X 及び A' は前記と同じ意味を有し, A'' はカルボキシル基または式  $-CO-SO_2-$  で示される基 (式中, B は前記と同じ意味を有する。) を意味する。]

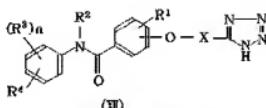
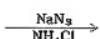
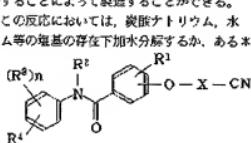
(6)

特開平5-163223

10

本発明化合物中、カルボキシル基を有する化合物(V)は、一般式(I)で示される対応するエスチルよりエステル残基を除去することによって製造することができる。

【0032】この反応においては、炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム等の塩基の存在下加水分解するか、ある本



【0034】[式中、R<sup>1</sup>～R<sup>4</sup>、およびXは前記と同じ意味を有する。]

本発明化合物中、1H-1, 2, 3, 4-テトラゾール-5-アミル基を有する化合物(XIII)は、一般式(XII)で示されるニトロ化合物とアジ化ナトリウムとを塩化アンモニウムの存在下に作用させると合成できる。反応はN, N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキド等の溶媒中、加温することにより行なわれる。

【0035】その他の製法

(a) 本発明化合物(Ⅰ)中、シアノカルバモイル誘導体は、対応するカルボン酸又はその反応性誘導体とシアナミドとを反応させて製造できる。反応性誘導体の種類や反応条件は第1製法と同様である。

(b) 本発明化合物(Ⅰ)中、ヒドロキサム誘導体は、対応するカルボン酸又はその反応性誘導体と、ヒドロキシルアミン又は水酸基を保護したヒドロキシラミンとを反応させて、必要ならば保護基を除去して製造することができる。反応性誘導体の種類や反応条件は第1製法と同様である。

(c) 本発明化合物(Ⅰ)中、アルケニレン基を有する化合物を還元して、アルケニル基を有する化合物を得る反応は、メタノール、エタノール、ジオキサン、酢酸エチル等の溶媒中、バラジウム触媒、酢酸白金、ランニッケル等の触媒存在下に水素を導入することにより行われる。本反応における温度及び圧力条件は、用いる触媒により異なる。

【0036】  
【発明の効果】本発明の化合物は、テストステロン-5-α-リダクター-セロトニン活性を有するため、前立腺肥大症及びその他の男性ホルモン的作用に起因する種々の疾患(前立腺ガン、脂漏、▲さき病等)の治療に有用である。また、本発明化合物は、非ステロイド薬物を有するので、ステロイドホルモン誘導体から成る抗男性ホルモ

\* いは、トリフルオロ酢酸、塩酸等の酸で処理する常法が通用できる。

第3製法

【0033】

【化11】

ン剤にみられる様な副作用を有しない。一般式(I)で示された化合物又はその他の1種又は2種以上を有効成分

20 分として含有する製剤若くは、通常調剤化に用いられる組合せ又は賦形剤、その他の添加剤を用いて調製される。製剤用の組合せ又は賦形剤としては、固体又は液体の非毒性医薬用物質が挙げられる。これらの例としては、たとえば乳糖、ステアリン酸マグネシウム、スターチ、タルク、セラチン、硬脂、ベントン、アラビアゴム、オリーブ油、マコ油、カカオバター、エチレングリコール等やその他常用のものが例示される。投与は経口剤、丸剤、カプセル剤、顆粒剤、溶液等による経口投与、あるいは静注、滴注等の経口剤、栓剂、経皮等による非経口投与のいずれの形態であってもよい。投与量は症状、投与対象の年令、性別等を考慮して個々の場合に応じて適宜決定される。

【0037】

【実施例】つぎに、実施例により本発明の化合物およびその製法を具体的に説明する。なお、参考例として、実施例で使用する原料化合物の製造例を説明する。

【0038】参考例 1

アルゴン気流下、2-, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール(4.82 mg, 2.89 mmol)と1-(4-イソブチルフェニル)エチルプロマイド3.80 mL(1.58 mmol)のN, N-ジメチルホルムアミド溶液中に炭酸カリウム3.20 mgを加え50°Cに加熱、4時間搅拌した。エーテルを加え、水を加え分波した。有機層をさらに飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後減圧濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチルの1:6の混合液で溶出し、5.16 mgの4-[1-(p-イソブチルフェニル)エトキシ]-2-, 3-ジメチルニトロベンゼンの薄青色の粗結物を得た。

50 【0039】理化学的性状

## (7) 特許平5-163223

12

質量分析値 ( $m/z$ ) : 326 (M<sup>+</sup>)  
 核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 67 (3H, d),  
 1. 84 (1H, m), 2. 32 (3H, s), 2. 44  
 4 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 5. 37 (1  
 H, q), 6. 61 (1H, d), 7. 12 (2H,  
 d), 7. 24 (2H, d), 7. 62 (1H, d)  
 [0040] 参考例 2

参考例1と同様にしてp-(3-メチル-3-フェニル  
 ブキシ)ニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 3-メチル-3-フェニルブチルプロマイ  
 F, p-ニトロフェノール

[0041] 理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 285 (M<sup>+</sup>)  
 核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 1. 40 (6H, s), 2. 17 (2H, t),  
 3. 84 (2H, t), 6. 73 (2H, d), 7. 1  
 6~7. 39 (5H, m), 8. 08 (2H, d)  
 [0042] 参考例 3

参考例1と同様にして4-(3-メチル)ブキシ-2-  
 メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 3-メチルブチルプロマイド, 3-メチル  
 -4-ニトロフェノール

[0043] 理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 97 (6H, d), 1. 53~1. 93 (3  
 H, m), 2. 63 (3H, s), 6. 72~6. 85  
 (2H, m), 8. 08 (1H, d)

[0044] 参考例 4

参考例1と同様にして4-イソブキシ-2-メチルニ  
 トロベンゼンを得た。

原料化合物: イソブチルプロマイド, 3-メチル-4-  
 ニトロフェノール

[0045] 理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 03 (6H, d), 1. 91~2. 28 (1  
 H, m), 2. 62 (3H, s), 3. 78 (2H,  
 d), 6. 71~6. 85 (2H, m), 8. 08 (1  
 H, d)

[0046] 参考例 5

参考例1と同様にしてp-(3-メチル)ブキシント  
 ロベンゼンを得た。

原料化合物: 3-メチルブチルプロマイド, p-ニトロ  
 フェノール

[0047] 理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 98 (6H, d), 1. 62~1. 93 (3  
 H, m), 4. 08 (2H, t), 6. 83 (2H,  
 d), 8. 19 (2H, d)

[0048] 参考例 6

参考例1と同様にしてエチル-4-[((o-ベンジルオ  
 キンカルボニル)フェノキシ]-2, 3-ジメチルブチ  
 レートを得た。

原料化合物: ベンジル-2-ヒドロキシベンゾエート

質量分析値 ( $m/z$ ): 371 (M+1)<sup>\*</sup> 核磁気共鳴  
 スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 1~1. 4 (9H, m), 2. 04 (2H,  
 t), 3. 9~4. 2 (4H, m), 5. 52 (2H,  
 s), 6. 8~7. 1 (2H, m), 7. 2~7. 6  
 (6H, m), 7. 78 (1H, dd)

[0049] 参考例 7

アルゴン気流下、4-[1-(p-イソブチルフェニ  
 ル)エトキシ]-2, 3-ジメチルニトロベンゼン】  
 2.0gのエタノール(10mL)中に酸化白金1.00m  
 gを加え、水素置換後、1日攪拌した。白金を濾過し、  
 滤液を減圧留去し油状物4.0-[1-(p-イソブチルフェ  
 ニル)エトキシ]-2, 3-ジメチルアニリンを1.  
 09gを得た。

[0050] 参考例 8

[0051] 理化学的性状  
 質量分析値 ( $m/z$ ): 298 (M+1)<sup>\*</sup>  
 核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 86 (6H, d), 1. 55 (3H, d),  
 1. 68~1. 98 (1H, m), 2. 06 (3H,  
 s), 2. 19 (3H, s), 2. 42 (2H, d),  
 3. 34 (2H, br), 5. 06 (1H, q), 6.  
 37 (1H, d), 6. 48 (1H, d), 7. 06  
 (2H, d), 7. 26 (2H, d)

[0052] 参考例 8

30 アルゴン気流下、p-(3-メチル-3-フェニル)ブ  
 キシントロベンゼン320mgのエタノール50mL  
 中に10%パラジウム脱水50mgを加え、水素置換  
 後、水素の吸収が止むまで攪拌した。触媒を濾過し、  
 滤液を減圧留去し油-(3-メチル-3-フェニル)ブ  
 キシアニリン280mgを得た。

[0053] 理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 39 (6H, s), 2. 11 (2H, t),  
 3. 32 (2H, br), 3. 71 (2H, t), 6.

40 59 (2H, s), 7. 21~7. 37 (5H, m)

[0054] 参考例 9

参考例8と同様にしてp-(3-メチル)ブキシニア  
 リンを得た。

原料化合物: p-(3-メチル)ブキシントロベンゼ  
 ン

[0055] 理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 95 (6H, d), 1. 51~1. 91 (3  
 H, m), 2. 81~3. 31 (2H, br), 3. 9

50 1 (2H, t), 6. 70 (4H, d)

## (8) 特開平5-163223

13

## 【0056】参考例 10

参考例8と同様にして4-イソブトキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物：4-イソブトキシ-2-メチルニトロベンゼン

## 【0057】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル（ $\text{CDCl}_3$ , TMS内部標準）

$\delta$ : 0. 99 (6H, d), 1. 82~2. 15 (1H, m), 2. 16 (3H, s), 3. 15 (2H, b, r), 3. 64 (2H, d), 6. 61~6. 66 (3H, m)

## 【0058】参考例 11

参考例8と同様にして4-(3-メチル)ブトキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物：4-(3-メチル)ブトキシ-2-メチルニトロベンゼン

## 【0059】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル（ $\text{CDCl}_3$ , TMS内部標準）

$\delta$ : 0. 96 (6H, d), 1. 52~1. 99 (3H, m), 2. 16 (3H, s), 3. 32 (2H, b, r), 3. 91 (2H, t), 6. 61~6. 66 (3H, m)

## 【0060】参考例 12

参考例8と同様にしてp-(4-ヒドロキシ)ブチルアニリンを得た。

原料化合物：p-(4-ヒドロキシ)ブチルニトロベンゼン

## 【0061】理化学的性状

質量分析値 ( $M/z$ ) : 165 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル（ $\text{CDCl}_3$ , TMS内部標準）

$\delta$ : 1. 51~1. 67 (4H, m), 2. 44~2. 59 (2H, m), 3. 62 (2H, t), 6. 60 (2H, d), 6. 96 (2H, d)

## 【0062】参考例 13

p-(p-イソブチルベンジルオキシ)アニリン200mgのメチレンクロライド5mlの溶液に、氷冷下、氷水トリリオロ酢酸2mlを滴下し、室温まで温め、20分間搅拌した。反応液を減圧濃縮し、残渣をアセトン8mlに溶解した。この溶液にヨウ化メチル400mgと炭酸カリウム200mgを加え、2時間加熱還流した。

反応液を減圧濃縮し、残渣をメタノール3mlと5規定試液(ナトリウム水溶液)の混合液に溶解し、50°Cで昇温して、12時間搅拌した。反応液を減圧濃縮し、溶媒エチルで抽出した。抽出液を水、飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた残渣をシリカゲルカラムロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(8:1)の溶液で溶出し、p-(p-イソブチルベンジルオキシ)-N-メチルアニリン130mgを得た。

## 【0063】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 269 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル（ $\text{CDCl}_3$ , TMS内部標準）

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 85 (1H, m), 2. 46 (2H, d), 2. 78 (3H, s), 2. 92 (1H, m), 4. 82 (2H, s), 6. 54 (2H, m), 6. 85 (2H, m), 6. 9~7. 4 (4H, m)

## 【0064】参考例 14

ベンジル-o-ヒドロキシベンジルエート1.7. 5gのN,N-ジメチルホルムアミド30mlの溶液をアルゴン気流下6.0%水素化トリウム3. 0gとN,N-ジメチルホルムアミド150mlの溶液液に室温下、滴下し、1.5分間搅拌した。エチル4-ブロモブチレート11. 9mlを加え、反応液を30°Cに保ち2日間搅拌した。反応液を冰水にそぞぎエーテルで抽出し、抽出液を水及び飽和食塩水で洗浄した。無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧濃縮し、残渣をシリカゲルカラムロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(7:1)の溶液で溶出し、エチル4-(o-ベンジルオキシ)カルボニル(フメノキシブチレート15. 0gを得た。

## 【0065】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 342 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル（ $\text{CDCl}_3$ , TMS内部標準）

$\delta$ : 1. 24 (3H, t), 2. 08 (2H, t), 2. 48 (2H, t), 4. 08 (2H, t), 4. 14 (2H, q), 5. 36 (2H, s), 6. 95~7. 02 (2H, m), 7. 34~7. 49 (7H, m), 7. 85 (1H, dd)

## 【0066】参考例 15

エチル4-(o-ベンジルオキシカルボニル)フメノキシブチレート4. 5gのエタノール溶液に10%パラジウム炭素50mgをアルゴン気流下加え、水素を吸収し、水素の吸収が止むまで搅拌した。油端を速適して除き、油端を減圧濃縮し、得られた粗結晶をエタノール-水より再結晶し、o-(3-エトキシカルボニル)プロピキシ安息香酸2. 8gを得た。

## 【0067】理化学的性状

融点 88~90°C

元素分析値 ( $C_{12}H_{16}O_3$ として)

C (%) H (%)

理論値 61. 90 6. 39

実測値 61. 81 6. 40

質量分析値 ( $m/z$ ) : 252 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル（ $\text{CDCl}_3$ , TMS内部標準）

$\delta$ : 1. 26 (3H, t), 2. 09~2. 38 (2H, m), 2. 47~2. 64 (2H, m), 4. 16 (2H, q), 4. 32 (2H, t), 7. 02~7. 21 (2H, m), 7. 46~7. 66 (1H, m), 8. 10~8. 22 (1H, m)

## 特開平5-163223

16

## 【0068】参考例 16

参考例1と同様にしてo-(3-エトキシカルボニル-3-メチルブキシ)安息香酸を得た。

原料化合物：エチル 4-(o-ベンジルオキシカルボニル)-2, 2-ジメチルブチレート

## 【0069】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ) : 281 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 1~1. 5 (9H, m), 2. 18 (2H, t), 4. 0~4. 4 (4H, m), 7. 0~7. 7 (3H, m), 8. 20 (1H, dd)

## 【0070】参考例 17

5-メチルサリチル酸1200mgのメチレンクロライド3ml溶液に、N,N-ジメチルホルムアミド0.1mlとオキシリグロライド360mgを加え、室温下1時間搅拌した。反応液を減圧濃縮し、得られた結晶状の残渣をメチレンクロライド2mlに溶解した。これを、4-(p-イソブチルベンジルオキシ)アニリン200mg、ビリジン1ml、メチレンクロライド1mlの溶液に氷冷下加え、変温にて昇温し、40分間搅拌した。反応液を減圧濃縮し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を1量塩酸と酢酸鉄水で数回洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧浓缩して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル(7: 1)の混液で溶出し、2-ヒドロキシ-4-(p-イソブチルベンジルオキシ)-5-メチルベンズアニリドを得た。

## 【0071】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ) : 390 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 87 (1H, m), 2. 34 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 5. 0 5 (2H, s), 6. 94 (1H, d), 7. 02 (2H, d), 7. 28 (2H, d), 7. 2~7. 3 (2H, m), 7. 36 (2H, d), 7. 48 (2H, d), 7. 83 (1H, s), 11. 8 (1H, s)

## 【0072】参考例 18

参考例17と同様にして5-クロロ-2-ヒドロキシ-4-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物：5-クロロサリチル酸

## 【0073】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ) : 410 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 87 (1H, m), 2. 49 (2H, d), 5. 05 (2H, s), 6. 9 ~7. 1 (3H, m), 7. 14 (2H, d), 7. 3 ~7. 5 (6H, m), 7. 78 (1H, s), 12. 0 (1H, s)

## 【0074】参考例 19

p-(p-イソブチルベンジルオキシ)アニリン200mg、トリエチルアミン100mg、5-メトキシザリチル酸160mg、1-ヒドロキシベンゾトリアゾール160mgのジメチルホルムアミド9ml溶液に1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カルボジミド塩酸塩180mgを室温下加え50°Cまで昇温して13時間搅拌した。水を加えて反応を止め、反応液を酢酸エチルで抽出し、1-硝基酢酸、水、酢酸鉄水で数回洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧浓缩して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル(5: 1)の混液で溶出し、2-ヒドロキシ-4-(p-イソブチルベンジルオキシ)-5-メトキシベンズアニリド200mgを得た。

## 【0075】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ) : 406 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 86 (1H, m), 2. 46 (2H, d), 3. 7~3. 9 (4H, m), 5. 0 (2H, s), 6. 8~7. 5 (1H, m), 7. 80 (1H, s)

## 【0076】参考例 20

参考例19と同様にして5-フルオロ-2-ヒドロキシ-4-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物：5-フルオロサリチル酸

## 【0077】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ) : 394 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 92 (6H, d), 0. 97 (1H, m), 2. 49 (2H, d), 5. 05 (2H, s), 6. 9 ~7. 1 (3H, m), 7. 1~7. 3 (4H, m), 7. 35 (2H, d), 7. 76 (1H, s), 11. 73 (1H, s)

## 【0078】参考例 21

参考例19と同様にして3-ヒドロキシ-4-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物：m-ヒドロキシン安息香酸

## 【0079】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ) : 376 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 87 (1H, m), 2. 48 (2H, d), 5. 02 (2H, s), 6. 9 6 (2H, d), 7. 01 (1H, dd), 7. 15 (2H, d), 7. 27 (1H, t), 7. 34 (3H, m), 7. 40 (1H, d), 7. 61 (2H, d), 8. 77 (1H, s), 9. 03 (1H, s)

## 【0080】参考例 22

参考例19と同様にして4-ヒドロキシ-4-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

## (10) 等価平5-163223

17  
原綴合物：p-ヒドロキシ安息香酸

【0081】理化学的性状  
質量分析値 ( $m/z$ ) : 376 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 87 (1H, m),  
2. 49 (2H, d), 5. 04 (2H, s), 6. 9  
~7. 6 (4H, m), 7. 18 (2H, d), 7. 3  
~7. 4 (2H, dd), 7. 70 (2H, d), 8.  
05 (2H, d), 9. 70 (1H, s), 9. 8~  
10. 0 (1H, m)

## 【0082】参考例 23

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-  
(-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバ  
モイル]フェノキシ]-2, 2-ジメチルブチレートを得た。

原綴合物：o-(3-エトキシカルボニル-3-メチ  
ルブロキシ)安息香酸

## 【0083】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 517 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 18 (3H, t),  
1. 32 (6H, s), 1. 87 (1H, m), 2. 2  
2 (2H, t), 2. 48 (2H, d), 4. 09 (2  
H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 05 (2H,  
s), 7. 02 (3H, dd), 7. 1~7. 2 (3  
H, m), 7. 36 (2H, d), 7. 47 (1H,  
t), 7. 64 (2H, d), 8. 29 (1H, d  
d), 9. 74 (1H, s)

## 【0084】参考例 24

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-  
(-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-  
メチルカルボモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原綴合物：o-(3-エトキシカルボニルブロキ  
シ)安息香酸

## 【0085】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 504 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 1~1. 3 (3H,  
m), 1. 7~2. 3 (3H, m), 2. 4~2. 6  
(4H, m), 3. 17, 3. 44 (合わせて3H, 各  
s), 3. 7~4. 4 (4H, m), 4. 92, 5. 0  
5 (合わせて2H, 各s), 6. 6~7. 7, 8. 1~  
8. 2 (合わせて12H, 各m)

## 【0086】参考例 25

2-(3-エトキシカルボニルブロキシ)安息香酸  
1. 12gのメチレンクロライド (12mL) 溶液にア  
ルゴン気流下、N-ジメチルホルムアミド1滴を加  
え、さらにオキザリルクロライド1mLを滴下した。反  
応液を空氣に戻し、2. 5時間搅拌し、減圧濃縮し、o  
-(3-エトキシカルボニルブロキシ)ベンゾイルク

ロライド1. 10gを得た。このものをメチレンクロラ  
イド2mLに溶解し、4-[1-(p-イソブチルフェ  
ニル)エトキン]-2, 3-ジメチルアニリン1. 09  
g、ビリジン0. 5mL、メチレンクロライド10mL  
の浴槽に空温下加え2時間搅拌した。反応液を水-1規  
定培地に注ぎ、エーテルで抽出し、抽出液を水及び餌和  
食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、源圧器去  
した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付  
し、ヘキサン:酢酸エチル (14:1~7:1) の溶剤  
で溶出して、エチル 4-[o-[N-(2, 3-ジメ  
チル-4-(p-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキ  
シ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート  
1. 75gを得た。

## 【0087】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 532 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 21 (3H, t),  
1. 62 (3H, d), 1. 76~1. 89 (1H,  
m), 2. 15~2. 25 (2H, m), 2. 23 (3  
H, s), 2. 33 (3H, s), 2. 44~2. 52  
(4H, m), 4. 11 (2H, q), 4. 27 (2  
H, t), 5. 27 (1H, q), 6. 65 (1H,  
d), 7. 03 (1H, d), 7. 10~7. 32 (5  
H, m), 7. 35 (1H, m), 7. 43~7. 51  
(1H, m), 8. 27 (1H, dd), 9. 28 (1  
H, s), 10. 0 (1H, s)

## 【0088】参考例 26

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-  
エトキシカルボニル)カルバモイル]フェノキシ]ブ  
チレートを得た。

原綴合物：p-フェノキシアニリン、o-(3-エト  
キシカルボニルブロキシ)ベンゾイルクロライド

## 【0089】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 419 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 1. 24 (3H, t), 2. 24~2. 35 (2  
H, m), 2. 51~2. 61 (2H, m), 4. 13  
(2H, q), 4. 28 (2H, t), 7. 00~7.  
05 (5H, m), 7. 09~7. 17 (2H, m),  
7. 31~7. 37 (2H, m), 7. 45~7. 52  
(1H, m), 7. 64~7. 70 (2H, m), 8.  
30 (1H, dd), 9. 84 (1H, s)

## 【0090】参考例 27

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-  
ベンゾイルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブ  
チレートを得た。

原綴合物：p-ベンゾイルアニリン、o-(3-エト  
キシカルボニルブロキシ)ベンゾイルクロライド

## 【0091】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 432 (M<sup>+</sup>)

## (10) 特開平5-1633223

18

原綴化合物: p-ヒドロキシ安息香酸

【0081】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 376 (M+1)  
 核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 90 (6H, d), 1. 87 (1H, m),  
 2. 49 (2H, d), 5. 04 (2H, s), 6. 9  
 ~7. 0 (4H, m), 7. 18 (2H, d), 7. 3  
 ~7. 4 (2H, dd), 7. 70 (2H, d), 8.  
 05 (2H, dd), 9. 70 (1H, s), 9. 8~  
 10. 0 (1H, m)

【0082】参考例 23

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]-2, 2-ジメチルブチレートを得た。

原綴化合物: o-(3-エトキシカルボニル-3-メチルブタキ) 安息香酸

【0083】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): 517 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 91 (6H, d), 1. 18 (3H, t),  
 1. 32 (6H, s), 1. 87 (1H, m), 2. 2  
 2 (2H, t), 2. 48 (2H, d), 4. 09 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 05 (2H, s),  
 7. 02 (3H, dd), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 36 (2H, d), 7. 47 (1H, t),  
 7. 64 (2H, d), 8. 29 (1H, d), 9. 74 (1H, s)

【0084】参考例 24

参考例19と同様にしてエチル 4-[o-[N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチカルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原綴化合物: o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ) 安息香酸

【0085】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): 504 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 90 (6H, d), 1. 1~1. 3 (3H, m), 1. 7~2. 3 (3H, m), 2. 4~2. 6 (4H, m), 3. 17, 3. 44 (合わせて3H, 各δ), 3. 7~4. 4 (4H, m), 4. 92, 5. 0 5 (合わせて2H, 各δ), 6. 6~7. 7, 8. 1~8. 2 (合わせて12H, 各m)

【0086】参考例 25

2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ) 安息香酸  
 1. 12gのメチレンクロライド (12ml) 溶液にアルゴン気流下N,N-ジメチルホルムアミド1滴を加え、さらにオキザリルクロライド1mlを滴下した。反応液を室温に戻し、2. 5時間搅拌し、減圧濃縮し、o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルク

ロライド 1. 10gを得た。このものをメチレンクロライド2mlに溶解し、4-[l-(p-イソブチルフェニル)エトキシ]-2, 3-ジメチルアミニン, 0. 9 g, ピリジン0. 5ml, メチレンクロライド10mlの浴液に室温下処理2時間搅拌した。反応液を水-1規定底部に注ぎ、エーテルで抽出し、抽出液を水及び酸和食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧蒸去した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン: 酮酸エチル (14: 1~7: 1) の浴液で溶出して、エチル 4-[o-[N-[2, 3-ジメチル-4-(p-イソブチル-α-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 1. 75gを得た。

【0087】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): 532 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 89 (6H, d), 1. 21 (3H, t),  
 1. 62 (3H, d), 1. 76~1. 89 (1H, m), 2. 15~2. 25 (2H, m), 2. 23 (3H, s), 2. 33 (3H, s), 2. 44~2. 52 (4H, m), 4. 11 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 27 (1H, q), 6. 65 (1H, d), 7. 03 (1H, d), 7. 10~7. 32 (5H, m), 7. 35 (1H, m), 7. 43~7. 51 (1H, m), 8. 27 (1H, dd), 9. 28 (1H, s)

【0088】参考例 26

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-フェノキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原綴化合物: p-フェノキシアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0089】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): 419 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 1. 24 (3H, t), 2. 24~2. 35 (2H, m), 2. 51~2. 61 (2H, m), 4. 13 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 7. 00~7. 05 (5H, m), 7. 09~7. 17 (2H, m), 7. 31~7. 37 (2H, m), 7. 45~7. 52 (1H, m), 7. 64~7. 70 (2H, m), 8. 30 (1H, dd), 9. 84 (1H, s)

【0090】参考例 27

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-[N-(p-ベンゾイルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原綴化合物: p-ベンゾイルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

【0091】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): 432 (M<sup>+</sup>)

(11)

特開平5-163223

29

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)  
基準

$\delta$ : 1. 24 (3H, t), 2. 34 (2H, quin t), 2. 60 (2H, t), 4. 17 (2H, q), 4. 32 (2H, t), 7. 06 (1H, d), 7. 17 (1H, d), 7. 43~7. 63 (4H, m), 7. 74 (1H, d), 7. 80~7. 91 (5H, m), 8. 30 (1H, dd), 10. 1 (1H, s) [0092] 参考例 28

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-(N-(p-ヘプチルフェニル)カルバモイル)フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-ヘプチルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

## [0093] 塩化学的性状

質量分析録 (m/z): 425 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 87 (3H, t), 1. 22 (3H, t), 1. 19~1. 31 (8H, m), 1. 51~1. 66 (2H, m), 2. 19~2. 41 (2H, m), 2. 49~2. 65 (4H, m), 4. 12 (2H, q), 4. 24 (2H, t), 6. 93~7. 15 (2H, m), 7. 12 (2H, d), 7. 34~7. 45 (1H, m), 7. 54 (2H, d), 8. 24 (1H, d), 9. 74 (1H, s)

## [0094] 参考例 29

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-(N-[p-(3-メチル-3-フェニルブロキシ)フェニル]カルバモイル)フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-(3-メチル-3-フェニルブロキシ)アニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

## [0095] 塩化学的性状

質量分析録 (m/z): 489 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 1. 23 (3H, t), 1. 42 (6H, s), 2. 16 (2H, t), 2. 28 (2H, quin t), 2. 56 (2H, t), 3. 78 (2H, t), 4. 14 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 6. 77 (2H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 18~7. 50 (6H, m), 7. 54 (2H, d), 8. 27 (1H, dd), 9. 71 (1H, s)

## [0096] 参考例 30

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-(N-(p-(4-ヒドロキシブチル)フェニル)カルバモイル)フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-(4-ヒドロキシブチル)アニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

## [0097] 塩化学的性状

質量分析録 (m/z): 400 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, D<sub>2</sub>O, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 25 (3H, t), 1. 56~1. 75 (4H, m), 2. 31 (2H, quin t), 2. 59 (2H, t), 2. 64 (2H, t), 3. 64 (2H, t), 4. 16 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 7. 03 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 19 (2H, d), 7. 45~7. 51 (1H, m), 7. 61 (2H, m), 8. 30 (1H, d), 9. 82 (1H, s)

## [0098] 参考例 31

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-(N-[4-(3-メチルブロキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル)フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(3-メチルブロキシ)-2-メチルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

## [0099] 塩化学的性状

質量分析録 (m/z): 428 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 97 (6H, d), 1. 23 (3H, t), 1. 67 (2H, q), 1. 76~1. 91 (1H, m), 2. 23 (2H, quin t), 2. 31 (3H, s), 2. 51 (2H, t), 3. 99 (2H, t), 4. 13 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 6. 78~6. 82 (2H, m), 7. 06 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 46~7. 52 (1H, m), 7. 80 (1H, d), 8. 31 (1H, d), 9. 35 (1H, s)

## [0100] 参考例 32

参考例25と同様にしてエチル 4-[o-(N-(4-イソブロキシ-2-メチルフェニル)カルバモイル)フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-イソブロキシ-2-メチルアニリン, o-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド

## [0101] 塩化学的性状

質量分析録 (m/z): 414 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 03 (6H, d), 1. 23 (3H, t), 2. 00~2. 15 (1H, m), 2. 23 (1H, quin t), 2. 31 (3H, s), 2. 51 (2H, t), 3. 73 (2H, d), 4. 13 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 6. 78~6. 82 (2H, m), 7. 06 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 46~7. 53 (1H, m), 7. 81 (1H, d), 8. 31 (1H, dd), 9. 36 (1H, s)

## [0102] 参考例 33

(12)

特開平5-163223

21

参考例2と同様にしてエチル 4-[o-[(p-[(3-メチルブトキシ)フェニル]カルバモイル)フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: p-[(3-メチルブトキシ)アニリン, o-[(3-エトキシンカルボニルブロボキシ)ベンゾイルクロライド]

## 【0103】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 96 (6H, d), 1. 24 (3H, t), 1. 57~1. 96 (3H, m), 2. 20~2. 32 (2H, m), 2. 50~2. 69 (2H, m), 3. 99 (2H, t), 4. 14 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 6. 92 (2H, d), 7. 04~7. 21 (2H, m), 7. 36~7. 50 (1H, m), 7. 59 (2H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 72 (1H, s)

## 【0104】参考例 34

2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)-5'-(p-メチルベンズアニリド)100mgの2-ブタノン10ml溶液に、エチル 4-ブロモブチレート60mg, ナトラチルアンモニウムプロマイド10mg, 炭酸カリウム4.0mgを加え、1. 5時間加热蒸発した。反応液を水洗後、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で順次洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。漏斗濾紙して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン:酢酸エチル(5:1)の溶液で溶出し、エチル 4-[2-[(N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル)-4-メチルフェノキシ]ブチレート1.0mgを得た。

## 【0105】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ): 504 (M+1)\*核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 24 (3H, t), 1. 87 (1H, m), 2. 27 (2H, t), 2. 36 (3H, s), 2. 49 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 4. 14 (2H, q), 4. 24 (2H, t), 5. 04 (2H, s), 6. 91 (1H, d), 6. 98 (2H, d), 7. 18 (2H, d), 7. 26 (1H, d), 7. 36 (2H, d), 7. 62 (2H, d), 8. 08 (1H, s), 9. 78 (1H, s)

## 【0106】参考例 35

参考例34と同様にしてエチル o-[(N-[p-[(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル)フェノキシ]アセテートを得た。

原料化合物: 2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

## 【0107】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ): 462 (M+1)\*

22

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 92 (6H, d), 1. 33 (3H, t), 1. 87 (1H, m), 2. 49 (2H, d), 4. 37 (2H, q), 4. 79 (2H, s), 5. 05 (2H, s), 6. 90 (1H, d), 7. 00 (2H, d), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 37 (2H, d), 7. 47 (1H, t), 7. 85 (2H, d), 8. 35 (1H, d), 10. 3 (1H, s)

## 【0108】参考例 36

参考例34と同様にしてエチル 2-[(3-シアノプロポキシ)-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリドを得た。

原料化合物: 2-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

## 【0109】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ): 443 (M+1)\*核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 87 (1H, m), 2. 30 (2H, m), 2. 49 (2H, d), 2. 63 (2H, t), 4. 36 (2H, t), 5. 04 (2H, s), 7. 04 (3H, t), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 37 (2H, d), 7. 50 (1H, t), 7. 57 (2H, d), 8. 24 (1H, d), 9. 35 (1H, s)

## 【0110】参考例 37

参考例34と同様にしてエチル m-[(N-[p-[(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル)フェノキシ]アセテートを得た。

原料化合物: 3-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチル

ベンジルオキシ)ベンズアニリド

## 【0111】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ): 462 (M+1)\*核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 30 (3H, t), 1. 87 (1H, m), 2. 49 (2H, d), 4. 29 (2H, q), 4. 70 (2H, s), 5. 05 (2H, s), 7. 01 (2H, d), 7. 11 (1H, d), 7. 18 (2H, d), 7. 3~7. 5 (5H, m), 7. 55 (2H, d), 7. 73 (1H, s)

## 【0112】参考例 38

参考例34と同様にしてエチル 4-[m-[(N-[p-[(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル)フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-ヒドロキシ-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド

## 【0113】理化学的性状

質量分析値(  $m/z$  ): 490 (M+1)\*核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 25 (3H, t), 1. 86 (1H, m), 2. 13 (2H, m), 2. 4

(13)

特許平5-163223

23

~2, 6 (4H, m), 4, 08 (2H, t), 4, 1  
7 (2H, d), 5, 04 (2H, s), 6, 98 (2  
H, d), 7, 06 (1H, d), 7, 18 (2H,  
d), 7, 3~7, 5 (5H, m), 7, 57 (2H,  
d), 7, 84 (1H, s)

【0114】参考例 39

参考例34と同様にしてエチル 4-[4-クロロ-2-  
-〔N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェ  
ニル]カルバモイル〕フェノキシ】ブチレートを得た。

原料化合物: 5-クロロ-2-ヒドロキシ-4'-  
-イソブチルベンジルオキシ」ベンズアニド

【0115】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 524 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0, 91 (6H, d), 1, 24 (3H, t),  
1, 87 (1H, m), 2, 29 (2H, m), 2, 4  
9 (2H, d), 2, 57 (2H, t), 4, 15 (2  
H, q), 4, 25 (2H, t), 5, 04 (2H,  
s), 6, 98 (3H, m), 7, 18 (2H, d),  
7, 3~7, 5 (3H, m), 7, 59 (2H, d),  
8, 25 (2H, d), 9, 67 (1H, s)

【0116】参考例 40

参考例34と同様にしてエチル 4-[2-〔N-[p  
-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバ  
モイル]-4-メトキシフェノキシ]ブチレートを得  
た。

原料化合物: 2-ヒドロキシ-5-メトキシ-4'-  
-〔p-イソブチルベンジルオキシ〕ベンズアニド

【0117】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 520 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0, 91 (6H, d), 1, 23 (3H, t),  
1, 87 (1H, m), 2, 26 (2H, m), 2, 4  
9 (2H, d), 2, 56 (2H, t), 3, 84 (3  
H, s), 4, 15 (2H, q), 4, 22 (2H,  
t), 5, 04 (2H, s), 6, 9~7, 1 (4H,  
m), 7, 18 (2H, d), 7, 36 (2H, d),  
7, 61 (2H, d), 7, 84 (1H, d), 9, 8  
9 (1H, s)

【0118】参考例 41

参考例34と同様にしてエチル 4-[4-フルオロ-  
-2-〔N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェ  
ニル]カルバモイル〕フェノキシ]ブチレートを得  
た。

原料化合物: 5-フルオロ-2-ヒドロキシ-4'-  
-〔p-イソブチルベンジルオキシ〕ベンズアニド

【0119】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 508 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0, 91 (6H, d), 1, 23 (3H, t),

24

1, 87 (1H, m), 2, 28 (2H, m), 2, 4  
9 (2H, d), 2, 56 (2H, t), 4, 15 (2  
H, q), 4, 24 (2H, t), 5, 04 (2H,  
s), 6, 9~7, 0 (3H, m), 7, 1~7, 2  
(3H, m), 7, 36 (2H, d), 7, 59 (2  
H, d), 8, 00 (1H, dd), 9, 78 (1H,  
s)

【0120】参考例 42

アルゴン気流下、p-ニトロフェノールのN, N-ジメチルホルムアミド (5ml) 溶液を60%氷酸化ナトリウムり、4.6gのN, N-ジメチルホルムアミド (2.5 ml) 絶縁液中に室温で滴下し、30分攪拌後、4-イソブチルベンジルプロパミド2.6gを加え、さらに2時間攪拌した。反応液を水に注ぎエーテルにて抽出した。油出液を餌和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧濃縮し、残渣をシリカゲルカラムクロマグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル (9: 1) の溶液で溶出し、p-(p-イソブチルベンジルオキシ)ニトロベンゼン2.68gを得た。

【0121】理化学的性状

融点 49°C~50°C

【0122】参考例 43

p-(p-イソブチルベンジルオキシ)ニトロベンゼン  
500mgをメタノール (15ml) と1塩定塩酸 (5  
ml) の混液に溶解した。鉄粉400mgを室温で加  
え、30分間加热攪拌した。不溶物を滤過して除き、滤  
液を1塩定水酸化ナトリウム水溶液で中和し、酢酸エ  
チルで抽出した。油出液を餌和食塩水で洗浄し、無水硫酸  
マグネシウムによって乾燥し、減圧濃縮した。残渣をシ  
リカゲルカラムクロマグラフィーに付し、ヘキサン:  
酢酸エチル (3: 1) の溶液で溶出し、p-(p-イソ  
ブチルベンジルオキシ)アニリン450mgを得た。

【0123】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0, 90 (6H, d), 1, 58~2, 09 (1  
H, m), 2, 47 (2H, d), 3, 41 (1H, b  
r), 4, 95 (2H, s), 6, 62 (2H, AB  
q), 6, 83 (2H, ABq), 7, 13 (2H, A  
Bq), 7, 33 (2H, ABq)

【0124】参考例 44

ベンジル-o-ヒドロキシベンゾエート17.5gと  
N, N-ジメチルホルムアミド (30ml) の溶液をアル  
ゴン気流下、60%氷酸化ナトリウム3.0gとN,  
N-ジメチルホルムアミド150mlの絶縁液に室温下  
滴下し、15分間攪拌した。エチル 4-ブロモセテ  
ート1.1, 9mlを加え、30°Cに保ち、2日間攪拌し  
た。反応液を水に注ぎエーテルにて抽出した。油出  
液を水で洗い、水層をエーテルで再抽出した。エーテル層  
を合わせ、餌和食塩水で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾  
燥し、減圧濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマ

(14)

特開平5-1633223

25

グラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（7：1）の混液で溶出し、エチル 4-(o-ベンジルオキシカルボニル)フェニキシブチレート 1.5. 0 gを得た。

## 【0125】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル（ $\text{CDCl}_3$ 、TMS内部標準）  
 $\delta$  : 1. 24 (3H, t), 2. 08 (2H, t),  
 2. 48 (2H, t), 4. 08 (2H, t), 4. 1  
 4 (2H, q), 5. 36 (2H, s), 6. 95~  
 7. 02 (2H, m), 7. 34~7. 49 (7H,  
 m), 7. 85 (1H, dd)

## 【0126】参考例 45

エチル 4-(o-ベンジルオキシカルボニル)フェニキシブチレート 4. 5g のエタノール溶液に 10% パラジウム炭素 50 mg を加え、水素の吸収が止むまで搅拌したのち、触媒を濾過して除き、滤液を減圧濃縮した。残渣をメタノール～水から再結晶し、o-(3-エトキシカルボニルブロボキシ)安息香酸 2. 8 gを得た。

## 【0127】理化学的性状

融点 87°C~90°C

## 【0128】参考例 46

o-(3-エトキシカルボニルブロボキシ)安息香酸 2. 50 mg とメチレンクロライド 2 ml の溶液に、オニクロライド F 4 ml を加え、2時間加熱煮沸した。反応液を減圧濃縮し、o-(3-エトキシカルボニルブロボキシ)ベンゾイルクロライド 2.70 mg 得た。これをメチレンクロライド 2 ml で洗浄し、p-(o-イソブチルベンジルオキシ)アニリン 2.50 mg、ビリジン 0. 5 ml、メチレンクロライド 2 ml の溶液に室温下加え、2 分間搅拌した。反応液を水-1 構成塩酸の混液で洗ぎ、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水、硫酸と塩水でそれぞれ洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（12：1～5：1）の溶液で溶出し、エチル 4-[o-[N-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 4.30 mgを得た。

## 【0129】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル ( $\text{CDCl}_3$ 、TMS内部標準)

$\delta$  : 0. 92 (6H, d), 1. 24 (3H, t),  
 1. 80~1. 96 (1H, m), 2. 25~2. 35  
 (2H, m), 2. 50 (1H, d), 2. 58 (2H, t), 4. 15 (2H, q), 4. 28 (2H,  
 t), 5. 04 (2H, s), 7. 00 (2H, ABq),  
 7. 00~7. 04 (1H, m), 7. 12~  
 7. 17 (1H, m), 7. 19 (2H, ABq),  
 7. 37 (2H, ABq), 7. 45~7. 52 (1H, m), 7. 62 (2H, ABq), 8. 29 (1H, dd), 9. 76 (1H, s)

## 【0130】参考例 47

(14)

26

4-プロピルベンズアルデヒド ジエチルアセタール

4. 45 g のエタノール (20 ml) 溶液に、O 指定塩酸 2 ml を加え、1. 5 時間加熱煮沸した。反応液を減圧下濃縮し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と硫酸と塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル (97：3) の混合液で溶出し、4-プロピルベンズアルデヒド 2. 19 gを得た。

## 【0131】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : 148 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル ( $\text{CDCl}_3$ 、TMS内部標準)  
 $\delta$  : 0. 95 (3H, t), 1. 5~1. 8 (2H,  
 m), 2. 68 (2H, t), 7. 2~7. 3 (2H,  
 m), 7. 7~8. 0 (2H, m), 9. 97 (1H,  
 s)

## 【0132】参考例 48

アルゴン気流下、ジエチルエーテル 30 ml にマグネシウム 540 mg を加え、加熱還原下 1-ブロモ-4-ブロピルベンゼンのジエチルエーテル (10 ml) 溶液を滴下した。空堀で 2. 5 時間搅拌した後、冰冷下 4-ブロピルベンズアルデヒドのジエチルエーテル (1.0 ml) 溶液を滴下し、空堀で 2 時間搅拌した。反応液に水、ジエチルエーテル、1 構成塩酸を順次加えた後、その各層を脂と負担水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル (8：1) の混合液で溶出し、ビス(4-ブロピルフェニル)メタノール 2. 73 gを得た。

## 【0133】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : 267 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル ( $\text{CDCl}_3$ 、TMS内部標準)  
 $\delta$  : 0. 92 (6H, t), 1. 4~1. 8 (4H,  
 m), 2. 12 (1H, m), 2. 56 (4H, t),  
 5. 77 (1H, s), 7. 0~7. 3 (8H, m)

## 【0134】参考例 49

参考例 48 と同様にして 1-(4-イソブチルフェニル)ベタノールを得た。

原封化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド

## 【0135】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : 220 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル ( $\text{CDCl}_3$ 、TMS内部標準)  
 $\delta$  : 0. 89 (6H, d), 0. 91 (3H, d),  
 1. 25~1. 38 (4H, m), 1. 62~2. 00  
 (5H, m), 2. 46 (2H, d), 4. 61 (1H, t), 7. 05~7. 29 (4H, m)

## 【0136】参考例 50

参考例 48 と同様にして 2, 4-ジイソブチルベンジルアルコールを得た。

原封化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド

(15) 特開平5-163223

27

## 【0137】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : GC-MS 220 (M<sup>+</sup>), 57 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 90 (6H, d), 0. 94 (6H, d),  
 1. 47~2. 00 (4H, m), 1. 75 (1H, b r s), 2. 46 (2H, d), 4. 72 (1H, b r t), 7. 11 (2H, d), 7. 26 (2H, d)

## 【0138】参考例 51

参考例 48と同様にして4-(4-イソブチルフェニル)-4-メチルベンゾタノールを得た。

原封化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド

## 【0139】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : 234 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 83~0. 93 (12H, m), 1. 03~1. 93 (9H, m), 2. 46 (2H, d), 4. 58 (1H, t), 7. 05~7. 29 (4H, m)

## 【0140】参考例 52

アルゴン気流下、4-イソブチルベンズアルデヒド3.24gのトラヒドロフラン(80ml)溶液に、氷冷下プロピルマグネシウムプロマイドの2M溶液15mlを滴下し、室温で3時間搅拌した。反応液を水水に注ぎ、減圧濃縮した。得られた残渣に酢酸エチルを加え、1号定規と鏡和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに行し、ヘキサン: 酢酸エチル(9:1)の混液で溶出し、4-イソブチルフェニルブタノール3. 35gを得た。

## 【0141】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : GC-MS 206 (M<sup>+</sup>), 57 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 90 (6H, d), 0. 93 (3H, t),  
 1. 21~1. 55 (2H, m), 1. 62~2. 00 (3H, m), 2. 10~2. 50 (1H, b r),  
 2. 46 (2H, d), 4. 65 (1H, t), 7. 10 (2H, d), 7. 26 (2H, d)

## 【0142】参考例 53

参考例 52と同様にして2-エチル-4-イソベンジルアルコールを得た。

原封化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド

## 【0143】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : GC-MS 192 (M<sup>+</sup>), 57 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)  
 $\delta$ : 0. 90 (6H, d), 0. 91 (3H, t),  
 1. 63~2. 00 (3H, m), 2. 47 (2H, d), 2. 20~2. 70 (1H, b r), 4. 57

(1H, t), 7. 11 (2H, d), 7. 26 (2H, d)

## 【0144】参考例 54

参考例 52と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピル)ベンジルアルコールを得た。

原封化合物: 4-イソブチルベンズアルデヒド

## 【0145】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : GC-MS 206 (M<sup>+</sup>), 57 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 78 (3H, d), 0. 90 (6H, d),  
 1. 00 (3H, d), 1. 71~2. 16 (2H, m), 1. 80 [1H, br (-OH)], 2. 46 (2H, d), 4. 32 (1H, b r d), 7. 09 (2H, d), 7. 23 (2H, d)

## 【0146】参考例 55

1-(4-イソブチルフェニル)ブタノール1. 24gの四塩化炭素(12ml)溶液に、室温下三氯化リン2. 2mlを滴下し、5時間搅拌した。反応液を水水に注ぎ、クロロホルムで抽出した。抽出液を酢酸水塩で洗い、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧濃縮して、1-(4-イソブチルフェニル)ブチルプロマイド1. 75gを得た。

## 【0147】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : GC-MS 270 (M<sup>+</sup>), 268 (M<sup>+</sup>), 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 90 (6H, d), 0. 94 (3H, t),  
 1. 19~1. 51 (2H, m), 1. 64~2. 04 (3H, m), 2. 11~2. 36 (2H, m), 2. 46 (2H, d), 4. 98 (1H, t), 7. 09 (2H, d), 7. 29 (2H, d)

## 【0148】参考例 56

参考例 55と同様にして $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルプロマイドを得た。

原封化合物:  $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルアルコール

## 【0149】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : GC-MS 256 (M<sup>+</sup>), 131 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)  
 $\delta$ : 0. 90 (6H, d), 0. 99 (3H, t),  
 1. 64~2. 02 (1H, m), 2. 22 (2H, d), 2. 46 (2H, d), 4. 88 (1H, t),  
 7. 09 (2H, d), 7. 29 (2H, d)

## 【0150】参考例 57

参考例 55と同様にして4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチルベンジルプロマイドを得た。

(16)

特開平5-163223

29

原料化合物：4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピルベンジルアルコール

## 【0151】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : GC-MS 270 ( $M^+$ )

189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 85 (3H, d), 0. 90 (6H, d), 1. 28 (3H, d), 1. 64~2. 09 (1H, m), 2. 11~2. 36 (1H, m), 2. 46 (2H, d), 4. 71 (1H, d), 7. 08 (2H, d), 7. 27 (2H, d)

## 【0152】参考例 5-8

参考例5-5と同様にして $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルプロマイドを得た。原料化合物： $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルアルコール

## 【0153】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 274 ( $M^+$ ), 272 ( $M^-$ ), 147 (base peak)核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 0. 92 (3H, d), 0. 94 (3H, d), 1. 57~2. 32 (4H, m), 2. 46 (2H, d), 5. 05 (1H, d d), 7. 09 (2H, d), 7. 30 (2H, d)

## 【0154】参考例 5-9

参考例5-5と同様にして4, 4'-ジイソブチルベンジルドリルプロマイドを得た。

## 【0155】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 251 ( $M-Br$ )核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 93 (6H, t), 1. 4~1. 8 (4H, m), 2. 57 (4H, t), 6. 27 (1H, s), 7. 1~7. 4 (8H, m)

## 【0156】参考例 6-0

参考例5-5と同様にして3-メチル-4-ニトロベンジルプロマイドを得た。

原料化合物：3-メチル-4-ニトロベンジルアルコール

## 【0157】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 231 ( $M^+$ )核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)

$\delta$ : 2. 63 (3H, s), 4. 48 (2H, s), 7. 3~7. 5 (2H, m), 7. 9~8. 1 (1H, m)

## 【0158】参考例 6-1

4-イソブチルベンズアルデヒドF12, 9.6gの50%エタノール (30mL) 溶液に, 硝酸銀2.8, 5gと水酸化ナトリウム12. 8gを加え, 5時間加熱沸騰した。反応液を減圧濃縮し, 10%氷酢酸でpH<5に調製し, 酚酸エチルで抽出した。抽出液を酸性食塩水で洗浄し, 無水硫酸ナトリウムで乾燥した後, 減圧濃縮するこ

とにより, 4-イソブチル安息香酸1. 2gを得た。

## 【0159】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 179 ( $M+1$ )核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 92 (6H, d), 1. 8~2. 0 (1H, m), 2. 55 (2H, d), 7. 25 (2H, d), 8. 03 (2H, d)

## 【0160】参考例 6-2

4-イソブチル安息香酸11. 3gとトリエチルアミン7. 1g及びジメチルホルムアミド (80mL) の混液に, 氷浴下, ジフェニルリソニアジド19. 3gのN, N-ジメチルホルムアミド (80mL) 溶液を滴下し, 室温で5時間搅拌した。反応液に酢酸エチルを加え, 水, ついで酸和硫酸ナトリウム水溶液で洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 減圧濃縮した。得られた残渣を1-ブタノール 160mLに溶解し, 1. 1時間加熱煮沸した。反応液に減圧濃縮し, 得られた残渣に, 氷冷下トリフルオロ酢酸180mLを滴下し, 室温で2. 5時間搅拌した。反応液を減圧濃縮し, 得られた残渣を5

20 水酸化ナトリウム水溶液で中和した後, 酚酸エチルで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し, クロロホルムで溶出し, 4-イソブチルアニリン7. 9gを得た。

## 【0161】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 149 ( $M^+$ )核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 84 (6H, d), 1. 6~2. 0 (1H, m), 2. 36 (2H, d), 3. 46 (2H, s), 6. 5~6. 7 (2H, m), 6. 8~7. 0 (2H, m)

## 【0162】参考例 6-3

4-イソブチルアニリン1. 38gのメチレンクロライド (30mL) 溶液に, 氷浴下無水トリフルオロ酢酸5mLを滴下し, 室温で1時間搅拌した。反応液を減圧濃縮し, 得られた残渣にアセトン70mL, 4-ニトロベンジルプロマイド, 水酸化カルシウム2. 37gを加え, 2. 5時間加熱沸騰した。反応液を減圧濃縮し, 得られた残渣にメタノール25mLと5規定水酸化ナトリウム水溶液100mLを加え, 30°Cに加温して1. 5時間搅拌した。反応液を減圧濃縮し, 酚酸エチルで抽出した。抽出液を酸性食塩水で洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラム

クロマトグラフィーに付し, ヘキサン: 酚酸エチル (9: 1) の混液で溶出し, N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン2. 13gを得た。

## 【0163】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 284 ( $M^+$ )核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 1. 6~1. 9 (1H,

(17)

特許平5-163223

32

m), 2. 35 (2H, d), 4. 44 (2H, s),  
6. 4~6. 6 (2H, m), 6. 9~7. 0 (2H,  
m), 7. 4~7. 6 (2H, m), 8. 1~8. 3  
(2H, m)

【0164】参考例 64

参考例63と同様にしてN-エチル-4-イソブチルアニリンを得た。

原料化合物：4-イソブチルアニリン

【0165】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 177 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 24 (3H, t),  
1. 6~2. 0 (1H, m), 2. 35 (2H, d),  
3. 13 (2H, q), 6. 5~6. 6 (2H, m),  
6. 9~7. 1 (2H, m)

【0166】参考例 65

4-イソブチルアニリン4. 31gの半融(10mL)  
溶液に、氷冷下ヨード：無水硫酸(5: 3)の濃度を滴下し、  
60°Cで加熱して1時間搅拌した。反応液を源圧壺  
通し、N-(4-イソブチルフェニル)ホルムアミド  
4. 44gを得た。

【0167】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 177 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 93 (6H, d), 1. 6~2. 1 (1H,  
m), 2. 45 (2H, d), 6. 9~7. 7 (5H,  
m), 8. 3~8. 8 (1H, m)

【0168】参考例 66

4-イソブチルアニリン7. 50mgとビリジン：メチレンクロライド(1: 1)4mLの混合溶液に、氷冷下ブロビオ酸クロライド10mgのメチレンクロライド2mLを溶液に滴下し、室温で2~5時間搅拌した。反応液を源圧壺通し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を1規定塩酸、水、硫酸及硫酸ナトリウム溶液、飽和食塩水で順次洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた結晶性残渣をキサンから再結晶することにより、N-(4-イソブチルフェニル)プロピオン酸アミド8. 70mgを得た。

【0169】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 205 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 24 (3H, t),  
1. 6~2. 0 (1H, m), 2. 2~2. 5 (4H,  
m), 7. 0~7. 5 (5H, M)

【0170】参考例 67

参考例66と同様にしてN-(4-イソブチル)イソブチン酸アミドを得た。

原料化合物：4-イソブチルアニリン

【0171】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 219 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 25 (6H, d),  
1. 83 (1H, m), 2. 3~2. 7 (3H, m),  
6. 9~7. 2 (3H, m), 7. 3~7. 6 (2H,  
m)

【0172】参考例 68

アルゴン気流下、水素化リチウムアルミニウム570mg  
とテトラヒドロフルオロ20mLの懸濁液に氷冷下N-(4-イソブチルフェニル)ホルムアミド890mgの

10 テトラヒドロフルオロ10mLを滴下し、室温で1時間搅拌した。反応液に硫酸ナトリウム・1. 0水垢を加え  
て反応を止め、酢酸エチルで希釈し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧下濃縮し、N-メチル-4-イソブチルアニリン800mgを得た。

【0173】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 163 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 6~2. 0 (1H,  
m), 2. 39 (2H, d), 2. 84 (3H, s),  
3. 1~3. 8 (1H, m), 6. 5~6. 7 (2H,  
m), 6. 9~7. 1 (2H, m)

【0174】参考例 69

参考例68と同様にして4-イソブチル-N-プロピルアニリンを得た。

原料化合物：N-(4-イソブチルフェニル)プロピオ酸アミド

【0175】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 191 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

30  $\delta$ : 0. 80 (6H, d), 0. 99 (3H, t),  
1. 4~1. 9 (3H, m), 2. 35 (2H, d),  
3. 07 (2H, t), 3. 1~3. 4 (1H, m),  
6. 5~6. 6 (2H, m), 6. 9~7. 0 (2H,  
m)

【0176】参考例 70

参考例68と同様にしてN-(4-イソブチルアニリンを得た。

原料化合物：N-(4-イソブチルフェニル)イソブチン酸アミド

【0177】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 205 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 97 (6H, d),  
1. 7~2. 0 (2H, m), 2. 35 (2H, d),  
2. 91 (2H, d), 3. 2~3. 5 (1H, m),  
6. 4~6. 6 (2H, m), 6. 8~7. 0 (2H,  
m)

【0178】参考例 71

4-プロピルアセトフェノン1gとエチルアルコール2  
50 0mLの混液に氷冷下、300mgの水素化ホウ素ナト

(18)

特開平5-1633223

33

リウム0.3gを加え、室温で一夜搅拌した。反応液を減圧濃縮し、残留物に酢酸エチル200mlを加え、水洗し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧濃縮し、1-(4-プロピルフェニル)エタノールを得た。このものを参考例5と同様に処理して1-(4-プロピルフェニル)エチルプロマイド1.4gを得た。

【0179】参考例 72

参考例7と同様にして1-(4-エチルフェニル)エチルプロマイドを得た。

原料化合物：4-エチルアセトフェノン

【0180】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 22(3H, t), 2. 04(3H, d), 2. 66(2H, q), 5. 24(1H, q), 7. 26(4H, dd)

【0181】参考例 73

参考例7と同様にして1-(4-イソプロピルフェニル)エチルプロマイドを得た。

原料化合物：4-イソプロピルアセトフェノン

【0182】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 26(3H, d), 2. 03(3H, d), 2. 90(1H, dt), 5. 22(1H, q), 7. 27(4H, dd)

【0183】参考例 74

参考例7と同様にして1-(4-メチルフェニル)エチルプロマイドを得た。

原料化合物：4-メチルアセトフェノン

【0184】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 2. 02(3H, d), 2. 33(3H, s), 5. 20(1H, q), 7. 23(4H, dd)

【0185】参考例 75

2. 3, 6-トリメチルフェノール9. 63gと2-ブタノン200mlの溶液に、室温下ジメチル硫酸8. 03ml、炭酸カリウム14. 7g及びトライアルアンモニウムプロマイド1. 0gを加え、加热還流下で8時間搅拌した。反応液に酢酸エチルを加え、水、飽和硫酸ナトリウム水溶液、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下で溶媒を留去して2. 3, 6-トリメチルアミンオール9. 65gを得た。

【0186】理化学的性状

質量分析値(m/z) : 150(M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 2. 19(3H, s), 2. 20(3H, s), 2. 25(3H, s), 3. 68(3H, s), 6. 86(2H, d)

【0187】参考例 78

4-イソブチルベンジルプロマイド5. 38gをアルゴン気流下30mlのキシンに溶解した。トリフェニル

ホスフィン6. 20gを加え、160°Cにて1時間半加热濃縮したのち、空氷新し、結晶をろ取し、さらに熱ベンゼンにて洗浄したのち乾燥し、4-イソブチルベンジルトリフェニルホスホニウムプロマイド10. 3gの白色結晶を得た。

【0188】理化学的性状

<sup>1</sup>HNMR(90MHz, D<sub>2</sub>O-TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 84(6H, d), 1. 60~2. 00(m, 1H), 2. 44(m, 2H), 6. 98(m, 4H), 7. 49~7. 98(m, 15H)

【0189】参考例 79

アルゴン気流下、6. 00%水素化カトリウム(293mL, 7. 3mmol)をヘキサンで洗浄し、ジメチルスルホキシド50mlを加え、65°Cを超えないように3時間搅拌保持した。反応液を空温に戻し、4-イソブチルベンジルトリフェニルホスホニウムプロマイド(4. 34g, 8. 8mmol)をゆっくり加えた。さらに2時間搅拌したのち、4-ニトロベンズアルデヒド(1. 18g, 7. 2mmol)のテトラヒドロフラン溶液20mlを加え、一晩搅拌放置した。反応液を水に注ぎ、エーテルで抽出し、有機層を水、飽和食塩水でそれぞれ洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧濃縮ののち、純度をシリカゲルカラムクロマトグラフィー付し、ヘキサン: 酢酸エチル(20: 1)の溶液で溶出し4-イソブチル-4-ニトロ-*trans*-スチルベン1. 63gを得た。

【0190】理化学的性状

質量分析値(m/z) : GC-MS 281(M<sup>+</sup>), 238(base peak)核磁気共鳴スペクトル(100MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90(6H, d), 1. 74~2. 08(1H, m), 2. 50(2H, d), 7. 14(2H, s), 7. 17(2H, d), 7. 46(2H, d), 7. 61(2H, d), 8. 22(2H, d)

【0191】参考例 80

参考例79と同様にして4-ニトロ-*trans*-スチルベンを得た。

原料化合物：ベンジルトリフェニルホスホニウムクロラ

4イド、4-ニトロベンズアルデヒド

【0192】理化学的性状

質量分析値(m/z) : GC-MS 225(M<sup>+</sup>), 178

(base peak)

核磁気共鳴スペクトル(90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 7. 10(1H, d), 7. 31(1H, d), 7. 29~7. 58(5H, m), 7. 62(2H, d), 8. 23(2H, d)

【0193】参考例 81

(19)

特開平5-163223

35

参考例7と同様にして4-ニトロ-cis-5-スチルベンを得た。

原料化合物：ベンジルトリフェニルホスホニウムクロライド、4-ニトロベンズアルデヒド

【0194】理化学的性状

質量分析録 ( $m/z$ ) : GC-MS 225 (M<sup>+</sup>) (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 6. 59 (1H, d), 6. 83 (1H, d), 7. 23 (5H, s), 7. 36 (2H, d), 8. 07 (2H, d)

【0195】参考例 82

3-エーテルフェノール3. 10gと無水酢酸30mlの溶液に氷冷下4級定硝酸水溶液6. 3mlを加え室温にて一夜搅拌した。反応液を氷水100mlに注ぎ酢酸エチル100mlで3回抽出し、飽和食塩水で洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、減圧濃縮した。得られた粗物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(シリカゲル300g使用)に付し、トルエンで溶出して3-エーテル-4-ニトロフェノール0. 96gを得た。

【0196】理化学的性状

質量分析録 ( $m/z$ ) : 167 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 28 (3H, t), 2. 96 (2H, q), 6. 00 (1H, br), 6. 74 (2H, m), 8. 00 (1H, d)

【0197】参考例 83

2, 3, 6-トリメチルアニリール3. 54gと無水酢酸40mlの溶液に、氷冷下4級定硝酸水溶液5. 4mlを滴下した。0°Cで20分間搅拌し、4級定硝酸水溶液5. 0mlを滴下し、さらに0°Cで30分間搅拌した。反応液を氷水に注ぎ、酢酸エチルで抽出し、抽出液を無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下溶媒を留去し、残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル(20: 1)の混液で溶出して4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルアニソール1. 02gを得た。

【0198】理化学的性状

質量分析録 ( $m/z$ ) : 195 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 2. 27 (3H, s), 2. 30 (3H, s), 2. 37 (3H, s), 3. 72 (3H, s), 7. 52 (1H, s)

【0199】参考例 84

参考例83と同様にして4-ニトロ-3, 5-ジメチルフェノールを得た。

原料化合物：3, 5-ジメチルフェノール

【0200】理化学的性状

質量分析録 ( $m/z$ ) : 167 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 2. 29 (6H, s), 5. 35 (1H, s), 6. 56 (2H, s)

【0201】参考例 85

4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルアニソール0. 9

4gと4.8%臭化水素20mlの溶液を、加热還流下1. 5時間搅拌した。反応液を放冷し、氷水に注ぎ、硫酸カリウムで中和し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧下で溶媒を留去した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル(6: 1)の混液で溶出して4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルフェノール0. 70gを得た。

【0202】理化学的性状

質量分析録 ( $m/z$ ) : 181 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 2. 24 (3H, s), 2. 27 (3H, s), 2. 43 (3H, s), 5. 19 (1H, s), 7. 61 (1H, s)

【0203】参考例 86

5gの2, 3-ジメチル-4-ニトロアントラゾールを50mlの4.8%HBr水溶液に加え、120°Cで4日間搅拌を行なった。エーテルにて抽出を行ない、エーテル層を酢酸エチルにて洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧濃縮した後、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル(1: 0. 1)の混液で溶出し、6-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノールを1. 9g得た。

【0204】理化学的性状

質量分析録 ( $m/z$ ) : GC-MS 247 (M<sup>+</sup>)

65 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 2. 24 (3H, s), 2. 31 (3H, s), 7. 98 (1H, s), 10. 20 (1H, br)

【0205】参考例 87

2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール890mg, 1-(4-イソブチルフェニル)ブチルブロマイド1. 72g, テトラブチルアンモニウムブロマイド50mg

40 及び2-ブタノン30mlの溶液に、炭酸カリウム1. 1gを加え、3. 5時間加熱還流した。反応液を漏過し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を酢酸エチルナトリウム溶液と飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン: トルエン(4: 1)の混液で溶出し、2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル)ブチキシ]ニトロベンゼン1. 16gを得た。

【0206】理化学的性状

50 質量分析録 ( $m/z$ ) : FAB 356 (M+1)

(20)

符調平5-163223

37

38

18.9 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ( $270\text{MHz}$ ,  $\text{CDCl}_3$ , TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 95 (3H, t), 1. 32~1. 61 (2H, m), 1. 76~1. 90 (2H, m), 1. 96~2. 08 (1H, m), 2. 36 (3H, s), 2. 44 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 5. 17 (1H, dd), 6. 57 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 20 (2H, d), 7. 59 (1H, d)

【0207】参考例 88

参考例 8.7 と同様にして 4-イソブチルベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 3-メチル-4-ニトロフェノール, 4-イソブチルベンジルプロマイド

【0208】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): GC-MS 299 (M<sup>+</sup>)

14.7 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ( $90\text{MHz}$ ,  $\text{CDCl}_3$ , TM S 内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 66~2. 04 (1H, m), 2. 50 (2H, d), 2. 62 (3H, s), 5. 09 (2H, s), 6. 79~6. 93 (2H, m), 7. 17 (2H, d), 7. 33 (2H, d), 8. 07 (1H, d)

【0209】参考例 89

参考例 8.7 と同様にして 2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチルベンジルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール

【0210】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): GC-MS 313 (M<sup>+</sup>)

14.7 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ( $90\text{MHz}$ ,  $\text{CDCl}_3$ , TM S 内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 64~2. 06 (1H, m), 2. 27 (3H, s), 2. 45 (3H, s), 2. 49 (2H, d), 5. 11 (2H, s), 6. 79 (1H, s), 7. 16 (2H, d), 7. 33 (2H, d), 7. 75 (1H, d)

【0211】参考例 90

参考例 8.7 と同様にして 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルプロマイド, 4-ニトロフェノール

【0212】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): FAB (Pos.) 300 (M+1)

16.1 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ( $270\text{MHz}$ ,  $\text{CDCl}_3$ , TMS 内部標準)

MS 内部標準

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 66 (3H, d), 1. 75~1. 91 (1H, m), 2. 45 (2H, d), 5. 39 (1H, q), 6. 92 (2H, d), 7. 14 (2H, d), 7. 26 (2H, d), 8. 12 (2H, d)

【0213】参考例 91

参考例 8.7 と同様にして 4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

16. 邻封化物:  $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルプロマイド, 4-ニトロフェノール

【0214】理化学的性状  
質量分析値 ( $m/z$ ): FAB (Pos.) 314 (M+1)

17.5 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ( $270\text{MHz}$ ,  $\text{CDCl}_3$ , TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 20 (3H, t), 1. 75~2. 10 (3H, m), 2. 44 (2H, d), 5. 10 (1H, t), 6. 91 (2H, d), 7. 17 (2H, d), 7. 22 (2H, d), 8. 10 (2H, d)

【0215】参考例 92

参考例 8.7 と同様にして 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルプロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール

【0216】理化学的性状

30. 質量分析値 ( $m/z$ ): FAB (Pos.) 314 (M+1)

16.1 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル ( $90\text{MHz}$ ,  $\text{CDCl}_3$ , TM S 内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 1. 65 (3H, d), 1. 75~1. 90 (1H, m), 2. 45 (2H, d), 2. 55 (3H, s), 5. 37 (1H, q), 6. 73 (1H, dd), 6. 78 (1H, d), 7. 14 (2H, d), 7. 26 (2H, d), 7. 99 (1H, d)

【0217】参考例 93

参考例 8.7 と同様にして 4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物:  $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルプロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール

【0218】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ): FAB (Pos.) 328 (M+1)

17.5 (base peak)

(21)

特開平5-163223

49

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 0. 99 (3H, t), 1. 80~1. 95 (2H, m), 1. 96~2. 09 (1H, m), 2. 45 (2H, d), 2. 56 (3H, s), 5. 09 (1H, t), 6. 73 (1H, d d), 6. 79 (1H, d), 7. 14 (2H, d), 7. 23 (2H, d), 7. 99 (1H, d)

【0219】参考例 94

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブロピル)ベニジオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-2-イソブロピルベニジルプロマイド, 4-ニトロフェノール  
【0220】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 328 (M+1), 189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 90 (3H, d), 1. 05 (3H, d), 1. 68~1. 90 (1H, m), 2. 00~2. 28 (1H, m), 2. 44 (2H, d), 4. 86 (1H, d), 6. 88 (2H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 21 (2H, d), 8. 07 (2H, d), 3. 10~3. 60 (2H, br)

【0221】参考例 95

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブロピル)ベニジオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル- $\alpha$ -イソブロピルベニジルプロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール  
【0222】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 342 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 89 (3H, d), 1. 04 (3H, d), 1. 70~2. 18 (2H, m), 2. 44 (2H, d), 2. 54 (3H, s), 4. 84 (1H, d), 6. 64~6. 74 (2H, m), 7. 08 (2H, d), 7. 23 (2H, d), 7. 94 (1H, d)

【0223】参考例 96

参考例87と同様にして3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]ニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 2-クロロ-4-ニトロフェノール

【0224】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 332 (M-1)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 80 (6H, d), 1. 65 (3H, d), 1. 5~2. 0 (1H, m), 2. 37 (2H, d), 5. 37 (1H, q), 6. 76 (1H, d), 6. 9~7. 3 (4H, m), 7. 89 (1H, dd), 8. 19 (1H, d)

【0225】参考例 97

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブロピル)ベニジオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 1-ブロモ-1-(4-イソブチル)フェニルブタン, 3-メチル-4-ニトロフェノール  
【0226】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 95 (3H, t), 1. 26~1. 56 (2H, m), 1. 68~2. 09 (3H, m), 2. 44 (2H, d), 2. 54 (3H, s), 5. 14 (1H, dd), 6. 63~6. 75 (1H, m), 6. 75 (1H, d), 6. 75 (1H, s), 7. 08 (2H, d), 7. 20 (2H, d), 7. 95 (1H, d)

【0227】参考例 98

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブロピル)ベニジオキシニトロベンゼンを得た。

原料化合物: 1-ブロモ-1-(4-イソブチル)フェニルブタン, 4-ニトロフェノール  
【0228】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 95 (3H, t), 1. 26~1. 64 (2H, m), 1. 67~2. 11 (3H, m), 2. 44 (2H, d), 5. 16 (1H, dd), 6. 89 (2H, d), 7. 09 (2H, d), 7. 21 (2H, d), 8. 08 (2H, d)

【0229】参考例 99

参考例87と同様にして4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベニジオキシ-2-メチルニトロベンゼンを得た。

原料化合物:  $\alpha$ , 4-ジイソブチルベニジルプロマイド

F, 3-メチル-4-ニトロフェノール  
【0230】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 356 (M+1)

147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 87 (3H, d), 0. 98 (3H, d), 1. 52~2. 12 (4H, m), 2. 42 (2H, d), 2. 53 (3H, s), 5. 18 (1H, dd), 6. 70 (1H, dd),

(22)

特開平5-1633223

42

6. 7.4 (1H, s), 7. 0.8 (2H, d), 7. 2.0 (2H, d), 7. 9.5 (1H, d)  
 【0231】参考例 100  
 参考例87と同様にして4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。  
 原料化合物: 2, 4-ジイソブチルベンジルプロマイド, 4-ニトロフェノール  
 【0232】理化学的性状  
 質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB 340 (M+1), 1.47 (base peak)  
 核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 8.6 (6H, d), 0. 8.8 (3H, d), 0. 9.7 (3H, d), 1. 4.1~2. 0.9 (4H, m), 2. 4.2 (2H, d), 5. 2.0 (1H, dd)  
 6. 8.7 (2H, d), 7. 0.8 (2H, d), 7. 2.1 (2H, d), 8. 0.7 (2H, d)  
 【0233】参考例 101  
 参考例87と同様にして2, 3-ジメチル-4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロフェノールを得た。  
 原料化合物:  $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール  
 【0234】理化学的性状  
 質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (Pos.) 342 (M+1), 1.75 (base peak)  
 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 8.6 (6H, d), 1. 0.0 (3H, t), 1. 7.5~2. 0.9 (3H, m), 2. 3.7 (3H, s), 2. 4.3 (2H, d), 2. 4.4 (3H, s), 5. 1.0 (1H, t), 6. 5.6 (1H, d), 7. 1.1 (2H, d), 7. 2.0 (2H, d), 7. 5.9 (1H, d)  
 【0235】参考例 102  
 参考例87と同様にして2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-2-イソプロピル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。  
 原料化合物: 4-イソブチル-2-イソプロピルベンジルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール  
 【0236】理化学的性状  
 質量分析値 ( $m/z$ ) : m/e (FAB) 328 (M+1), 1.89 (base peak)  
 核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 8.7 (6H, d), 0. 9.0 (3H, d), 1. 0.5 (3H, d), 1. 6.8~1. 9.9 (1H,  
 20) 2. 0.0~2. 2.8 (1H, m), 2. 4.4 (2H, d), 4. 8.6 (1H, d), 6. 8.8 (2H, d), 7. 0.6 (2H, d), 7. 2.1 (2H, d), 8. 0.7 (2H, d)  
 【0237】参考例 103  
 参考例87と同様にして5-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。  
 原料化合物: 4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルプロマイド, 6-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール  
 【0238】参考例 104  
 参考例87と同様にして3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。  
 原料化合物: 4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルプロマイド, 2, 6-ジメチル-4-ニトロフェノール  
 【0239】理化学的性状  
 質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (Pos.) 326 (M+1), 1.61 (base peak)  
 核磁気共鳴スペクトル (400MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 9.0 (6H, d), 1. 6.9 (3H, d), 1. 8.0~1. 9.2 (1H, m), 2. 1.7 (6H, s), 2. 4.7 (2H, d), 4. 9.9 (1H, q), 7. 1.1 (2H, d), 7. 2.3 (2H, d), 7. 8.6 (2H, s)  
 【0240】参考例 105  
 参考例87と同様にして4-(2, 4-ジイソブチル)ベンジルオキシ-2, 3-ジメチルニトロベンゼンを得た。  
 原料化合物: 4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベンジルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール  
 【0241】理化学的性状  
 質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (Pos.) 370 (M+1), 1.47 (base peak)  
 核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 0. 8.6 (6H, d), 0. 9.3 (3H, d), 0. 9.9 (3H, d), 1. 5.2~1. 6.7 (1H, m), 1. 7.7~1. 9.0 (2H, m), 1. 9.8~2. 0.9 (1H, m), 2. 3.1 (3H, s), 2. 4.4 (3H, s), 2. 4.4 (2H, d), 5. 2.2 (1H, d), 6. 5.7 (1H, d), 7. 1.1 (2H, d), 7. 2.1 (2H, d), 7. 5.9 (1H, d)  
 【0242】参考例 106  
 参考例87と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2, 6-ジメチルニトロベンゼンを得た。

(23)

特開平5-163223

43

44

塩斜化合物：4-ニトロ-3, 5-ジメチルフェノール

【0243】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 237 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 89 (6H, d), 1. 62 (3H, d),  
1. 72~2. 00 (1H, m), 2. 24 (6H,  
s), 2. 47 (2H, d), 5. 31 (1H, q),  
6. 57 (2H, s), 7. 08~7. 31 (4H,  
m)

【0244】参考例 107

参考例87と同様にして4-(4-イソブチル-2-メチルベンジルオキシ)-2, 3, 5-トリメチルニトロベンゼンを得た。

塩斜化合物：4-ニトロ-2, 3, 6-トリメチルフェノール

【0245】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 340 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 00 (6H, d), 1. 65 (3H, d),  
1. 86 (1H, m), 2. 09 (3H, s), 2.  
13 (3H, s), 2. 33 (3H, s), 2. 47  
(2H, m), 4. 89 (1H, m), 7. 11~7.  
12 (2H, m), 7. 22~7. 26 (2H, m),  
7. 49 (1H, s)

【0246】参考例 108

参考例87と同様にして4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニル)オキシニトロベンゼンを得た。

塩斜化合物：グラニルプロマイド, 4-ニトロフェノール

【0247】理化学的性状

質量分析値 (m/e) : FAB 276 (M<sup>+</sup>)

69 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)δ: 1. 60 (3H, s), 1. 67 (3H, s),  
1. 75 (3H, s), 1. 94~2. 18 (4H,  
m), 4. 64 (2H, d), 4. 94~5. 17 (1  
H, m), 5. 38~5. 56 (1H, m), 6. 95  
(2H, ABq), 8. 19 (2H, ABq)

【0248】参考例 109

参考例87と同様にして4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルニトロベンゼンを得た。

塩斜化合物：グラニルプロマイド, 3-メチル-4-ニトロフェノール

【0249】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 290  
(M<sup>+</sup>)

69 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)

S内部標準)

δ: 1. 61 (3H, s), 1. 68 (3H, s),  
1. 75 (3H, s), 1. 92~2. 12 (4H,  
m), 2. 63 (3H, s), 4. 60 (2H, d),  
5. 08 (1H, br), 5. 36~5. 55 (1H,  
m), 6. 72~6. 86 (2H, m), 8. 07 (1  
H, d)

【0250】参考例 110

参考例87と同様にして2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクタ-2, 6-ジエニルオキシ)ニトロベンゼンを得た。

塩斜化合物：グラニルプロマイド, 2, 3-ジメチル-4-ニトロフェノール

【0251】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 304  
(M<sup>+</sup>)

69 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)δ: 1. 60 (3H, s), 1. 67 (3H, s),  
1. 73 (3H, s), 2. 09 (4H, brm),  
2. 22 (3H, s), 2. 49 (3H, s), 4. 6  
1 (2H, d), 4. 97~5. 17 (1H, m),  
5. 36~5. 54 (1H, m), 6. 74 (1H,  
d), 7. 77 (1H, d)

【0252】参考例 111

参考例87と同様にして3, 4-ビース-(4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼンを得た。

塩斜化合物：4-イソブチルベンジルプロマイド, 4-ニトロカテコール

【0253】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 448  
(M<sup>+</sup>)

147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)δ: 0. 91 (12H, d), 1. 79~1. 94 (2  
H, m), 2. 49 (4H, d), 5. 20 (2H,  
s), 5. 24 (2H, s), 6. 97 (1H, d),  
7. 18 (4H, d), 7. 36 (2H, d), 7.  
40 (2H, d), 7. 85 (1H, s), 7. 88 (1  
H, d)

【0254】参考例 112

1-(4-イソブチルフェニル)エタノール 1. 12  
g, 3-エチル-4-ニトロフェノール 0. 87 g, リ  
フエニルホスフオン 1. 64 g と THF 2.0 ml の溶  
液に氷冷下, 1. 7N-ジイソプロピルアジカルボキ  
シレート THF 溶液 3. 7 ml を加え, 空温で 3 時間攪  
拌した。反応液の溶媒を減圧下に留去し, 得られた油状  
物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (シリカゲル

(24)

符謝平5-163223

45

1.00 g 使用) に付し、ヘキサン: 酚酸エチル: 9: 1 の混液で溶出して 3-エチル-4-ニトロ [1-(4-イソブチルフェニル)エキシ]ベンゼン 0. 83 g を得た。

## 【0255】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 327 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 19 (3H, t), 1. 65 (2H, d), 1. 88 (1H, m), 2. 44 (3H, d), 2. 80 (2H, q), 5. 35 (1H, s), 6. 77 (2H, m), 7. 20 (m, 4H), 7. 90 (1H, d).

## 【0256】参考例 113

N-ブロビル-4-イソブチルアニリン 7.80 mg, ヨウ化カリウム 5.0 mg と 2-ブタン 50 ml の溶液に、炭酸カリウム 8.50 mg を加え、1 時間加熱煮沸した。反応液を源圧濃縮し、得られた残渣を酚酸エチルで抽出した。抽出液を水と微細食塩水で洗浄後、無水流酸ナトリウムで乾燥し、源圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムトマグラフィーに付し、ヘキサン: 酚酸エチル (9: 5: 5) の仮溶液で溶出し、N-(4-ニトロベンジル)-N-ブロビル-4-イソブチルアニリン 1. 45 gを得た。

## 【0257】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 326 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 8~1. 0 (9H, m), 1. 6~1. 8 (3H, m), 2. 36 (2H, s), 3. 34 (2H, s), 4. 59 (2H, s), 6. 56 (2H, s), 6. 97 (2H, s), 7. 41 (2H, s), 8. 17 (2H, s)

## 【0258】参考例 114

参考例 113 と同様にして N-(4-ニトロベンジル)-N, 4-ジイソブチルアニリンを得た。

原料化合物: N, 4-ジイソブチルアニリン

## 【0259】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 340 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 96 (6H, d), 1. 77 (1H, m), 2. 12 (1H, m), 2. 34 (2H, d), 3. 21 (2H, d), 4. 63 (2H, s), 6. 54 (2H, d), 6. 94 (2H, d), 7. 35 (2H, d), 8. 14 (2H, d)

## 【0260】参考例 115

参考例 113 と同様にして N-エチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリンを得た。

原料化合物: N-エチル-4-イソブチルアニリン

## 【0261】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 312 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 85 (6H, d), 1. 19 (3H, t), 1. 6~2. 0 (1H, m), 1. 14 (2H, d), 3. 46 (2H, q), 4. 54 (2H, s), 6. 56 (2H, dt), 6. 96 (2H, dt), 7. 41 (2H, dt), 8. 16 (2H, dt)

## 【0262】参考例 116

参考例 113 と同様にして 4-イソブチル-N-(メチル-N-(3-メチル-4-ニトロベンジル)アニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-(メチルアニリン

## 【0263】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 312 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 80 (1H, m), 2. 18 (2H, d), 2. 58 (3H, s), 2. 99 (3H, s), 4. 50 (2H, s), 6. 6~6. 8 (2H, m), 6. 9~7. 1 (2H, m), 7. 1~7. 3 (2H, m), 7. 95 (1H, d)

## 【0264】参考例 117

参考例 113 と同様にして 4-イソブチル-N-(メチル-N-(2-メチル-3-ニトロベンジル)アニリンを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-(メチルアニリン

## 【0265】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 312 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 80 (1H, m), 2. 38 (2H, d), 2. 42 (3H, s), 4. 47 (2H, s), 6. 5~6. 7 (2H, m), 3. 01 (3H, s), 6. 9~7. 1 (2H, m), 7. 2~7. 5 (2H, m), 7. 6~7. 8 (1H, m)

## 【0266】参考例 118

4-ニトロアニリン 8.90 mg とメチレンクロライド 5 ml の溶液に、冰冷下 N-ジメチルホルムアミド 0. 1 ml と塩化オキサリル 1. 5 ml を加えた。溶液にまで昇温し、2 時間搅拌した後、源圧濃縮した。得られた残渣をメチレンクロライド 3 ml に溶解し、その溶液を冰冷下、4-ニトロアニリン 6.90 mg, ピリジン 3 ml 及びメチレンクロライド 3 ml の混合液に滴下した後、室温にまで昇温して 3~5 時間搅拌した。反応液を源圧濃縮し、得られた残渣を酚酸エチルで抽出した。抽出液を水と微細食塩水で複数洗浄し、無水流酸ナトリウムで乾燥後、源圧濃縮した。得られた結晶性残渣をイソプロパノールから再結晶することにより、4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)ベンズアミド 7.90 mg を得た。

## 【0267】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 298 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 92 (6H, d), 1. 91 (1H, m),

2. 5. 6 (2H, d), 7. 2~7. 4 (2H, m),  
7. 7~8. 0 (4H, m), 8. 1~8. 3 (3H,  
m)

## 【0268】参考例 119

参考例118と同様にして4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニルアセチル)アニリンを得た。

原料化合物：4-イソブチルアニリン

## 【0269】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 312 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 83 (6H, d), 1. 78 (1H, m),  
2. 38 (2H, d), 3. 82 (2H, s), 7. 0  
7 (2H, d), 7. 48 (2H, d), 7. 61 (2  
H, d), 8. 20 (2H, d), 10. 19 (1H,  
s)

## 【0270】参考例 120

参考例118と同様にしてN-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチル-4-ニトロベンズアミドを得た。

原料化合物：4-イソブチル-N-メチルアニリン

## 【0271】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 327 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 84 (6H, d), 1. 6~2. 0 (1H,  
m), 2. 41 (2H, d), 2. 45 (3H, s),  
3. 49 (3H, s), 6. 8~7. 3 (7H, m),  
7. 72 (1H, d)

## 【0272】参考例 121

アルゴン気流下、N-(4-イソブチルフェニル)-4-ニトロフェニルアセトアミド620mgとテトラヒドロ

ロフラン6mlの溶液に、1M-ボラン-テトラヒドロフラン錯体テトラヒドロフラン溶液6mlを滴下し、空温にて搅拌した。氷冷下メタノールと濃塩酸を順次加えて反応を止め、5規定水酸化ナトリウム水溶液で中和し、液温調節した。得られた残渣を石油エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、源圧濃縮した。得られた残渣をシリカガルカラムクロマグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル (6: 1) の混液で溶出し、N-(4-ニトロフェニル)-4-イソブチルアニリン520mgを得た。

## 【0273】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 299 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 88 (6H, d), 1. 79 (1H, m),  
2. 37 (2H, d), 3. 04 (2H, t), 3. 4  
5 (3H, m), 6. 5~6. 6 (2H, m), 6. 9  
~7. 1 (2H, m), 7. 3~7. 5 (2H, m),  
8. 1~8. 3 (2H, m)

## 【0274】参考例 122

参考例121と同様にしてN-(4-イソブチルベンジ

ル)-4-ニトロアニリンを得た。

原料化合物：4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)ベンズアミド

## 【0275】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 285 (M+1)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 90 (6H, d), 1. 85 (1H, m),  
2. 47 (2H, d), 4. 37 (2H, d), 4. 8  
4 (1H, m), 6. 5~6. 7 (2H, m), 7. 0  
10~7. 4 (4H, m), 8. 0~8. 2 (2H, m)

## 【0276】参考例 123

N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン340mgとキ酸3mlの溶液に35%ホルマリアルデヒド3mlを加え、100°Cに加熱し、4.5分間搅拌した。反応液を氷水に注ぎ、炭酸カリウムで中和した後、クロロホルムで抽出した。抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶液を減圧下で留去した。得られた残渣をシリカガルカラムクロマグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル (9: 1) の混液で溶出し、N-メチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン190mgを得た。

## 【0277】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 298 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 89 (6H, d), 1. 6~2. 0 (1H,  
m), 2. 37 (2H, d), 3. 01 (3H, s),  
4. 56 (2H, s), 6. 69 (2H, d), 7.  
00 (2H, d), 7. 40 (2H, d), 8. 16  
(2H, d)

## 【0278】参考例 124

参考例123と同様にしてN-(4-イソブチルベンジル)-N-メチル-4-ニトロアニリンを得た。

原料化合物：N-(4-イソブチルベンジル)-4-ニトロアニリン

## 【0279】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 299 (M+1)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 88 (6H, d), 1. 84 (1H, m),  
2. 45 (2H, d), 3. 16 (3H, s), 4. 6  
3 (2H, s), 6. 6~6. 8 (2H, m), 7. 0  
~7. 2 (4H, m), 8. 0~8. 2 (2H, m)

## 【0280】参考例 125

参考例123と同様にして4-イソブチル-N-メチル-N-(4-ニトロフェニル)アニリンを得た。

原料化合物：4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)アニリン

## 【0281】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 312 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 88 (6H, d), 1. 80 (1H, m),

(26)

特開平5-163223

49

2. 3. 8 (2H, d), 2. 8. 5 (3H, s), 2. 9  
 8 (2H, d), 3. 5. 8 (2H, t), 6. 6~6.  
 8 (2H, m), 6. 9~7. 1 (2H, m), 7. 1  
 ~7. 3 (2H, m), 8. 1~8. 3 (2H, m)  
 【0282】参考例 126

アルゴン気流下、2-メチル-4-ニトロアニリン1. 52g, ピリジン6ml及びメチレンクロライド6mlの混合液に、冰冷下2-(3-エクシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド2. 4gとメチレンクロライド6mlの溶液を滴下し、室温で16時間搅拌した。反応液を粗圧濃縮し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を1規定塩酸と無水硫酸マグネシウムで洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、粗圧濃縮し、得られた結晶性粗液をエタノールから再結晶することにより、エチル-4-[2-(N-(2-メチル-4-ニトロフェニル)カルバモイル)フェノキシ]ブチレート2. 92gを得た。

## 【0283】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 387 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 δ: 1. 23 (3H, t), 2. 1~2. 7 (7H, m), 4. 12 (2H, q), 4. 39 (2H, t), 7. 0~7. 3 (2H, m), 7. 4~7. 7 (1H, m), 8. 0~8. 4 (3H, m), 8. 5~8. 7 (1H, m), 9. 89 (1H, s)  
 【0284】参考例 127

アルゴン気流下、2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル)ブトキシ]ニトロベンゼン1. 23gのエタノール(50ml)溶液に、硝化白金150mgを加え、水素還元した後、室温で3時間搅拌した。触媒を除去し、滤液を粗圧濃縮することにより2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル)ブトキシ]アニリン1. 11gを得た。

## 【0285】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 326 (M+1)\*

137 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 88 (6H, d), 0. 91 (3H, t), 1. 24~2. 10 (5H, m), 1. 70~2. 50 (2H, br), 2. 08 (3H, s), 2. 23 (3H, s), 2. 43 (2H, q), 4. 91 (1H, d), 6. 37 (3H, s), 7. 05 (2H, d), 7. 22 (2H, d),  
 【0286】参考例 128

参考例127と同様にして4-イソブチルベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。

原封化合物: 4-イソブチルベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

50

## 【0287】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB 269 (M+1)

54 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 77~1. 91 (1H, m), 2. 05 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 3. 32~3. 52 (2H, br), 4. 98 (2H, s), 6. 68~6. 84 (3H, m), 7. 16 (2H, d), 7. 32 (2H, d)

## 【0288】参考例 129

参考例127と同様にして2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原封化合物: 2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼン

## 【0289】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB 283 (M+1)

136 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 91 (6H, d), 1. 78~1. 94 (1H, m), 2. 12 (3H, s), 2. 23 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 3. 37 (2H, br s), 4. 95 (2H, s), 6. 53 (1H, d), 6. 70 (1H, d), 7. 16 (2H, d), 7. 36 (2H, d)

## 【0290】参考例 130

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原封化合物: 4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシニトロベンゼン

## 【0291】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : EI 269 (M+1) 10

9 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 86 (6H, d), 1. 55 (3H, d), 1. 64~2. 03 (1H, m), 2. 20~2. 52 (2H, br), 2. 43 (2H, d), 5. 12 (1H, q), 6. 52 (2H, d), 6. 70 (2H, d), 7. 07 (2H, d), 7. 25 (2H, d)

## 【0292】参考例 131

参考例127と同様にして4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原封化合物: 4-(α-エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシニトロベンゼン

## 【0293】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : EI 283 (M+1) 10

9 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, T

(27)

51

## MS内部標準

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 95 (3H, t),  
 1. 64~2. 05 (3H, m), 2. 42 (2H,  
 d), 3. 00~3. 60 (2H, br), 4. 83  
 (1H, t), 6. 51 (2H, d), 6. 68 (2  
 H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 21 (2H,  
 d)

【0294】参考例 132

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

## 【0295】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : EI 283 (M<sup>+</sup>) 123 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 55 (3H, d),  
 1. 64~2. 00 (1H, m), 2. 07 (3H,  
 s), 2. 42 (2H, d), 3. 96~4. 64 (2  
 20 H, br), 5. 12 (1H, q), 6. 51~6. 5  
 4 (2H, m), 6. 62~6. 64 (1H, m),  
 7. 07 (2H, d), 7. 26 (2H, d)

【0296】参考例 133

参考例127と同様にして4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

## 【0297】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : EI 297 (M<sup>+</sup>) 123 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 95 (3H, t),  
 1. 71~1. 99 (1H, m), 2. 06 (3H,  
 s), 2. 43 (2H, d), 3. 08~3. 60 (2  
 H, br), 4. 83 (1H, t), 6. 49~6. 5  
 1 (2H, m), 6. 60~6. 66 (1H, m),  
 7. 06 (2H, d), 7. 22 (2H, d)

【0298】参考例 134

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチル)ベンジルオキシトロベンゼン

## 【0299】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : FAB 297 (M<sup>+</sup>) (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (3H, d), 0. 87 (6H, d),

(27) 等別平5-163223

52

1. 04 (3H, d), 1. 60~2. 20 (2H,  
 m), 2. 43 (2H, d), 4. 60 (1H, d),  
 6. 51 (2H, d), 6. 67 (2H, d), 7. 0  
 5 (2H, d), 7. 20 (2H, d)

【0300】参考例 135

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0301】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : FAB 312 (M<sup>+</sup>) 189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 83 (3H, d), 0. 84 (6H, d),  
 1. 01 (3H, d), 1. 68~2. 16 (2H,  
 m), 2. 04 (3H, s), 2. 41 (2H, d),  
 3. 10~3. 30 (2H, br), 4. 59 (1H,  
 d), 6. 46~6. 48 (2H, m), 6. 57~  
 6. 63 (1H, m), 7. 03 (2H, d), 7. 1  
 8 (2H, d)

【0302】参考例 136

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピル)ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピル)ベンジルオキシ-2-メチルニトロベンゼン

【0303】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : EI 311 (M<sup>+</sup>) 123 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 0. 92 (3H, t),  
 1. 13~2. 04 (5H, m), 2. 00~2. 80  
 (2H, br), 2. 08 (3H, S), 2. 43 (2  
 H, d), 4. 91 (1H, dd), 6. 50~6. 6  
 1 (3H, m), 7. 06 (2H, d), 7. 22 (2  
 H, d)

【0304】参考例 137

参考例127と同様にして4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原料化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチル)ベンジルオキシトロベンゼン

【0305】理化学的性状

質量分析録 (m/z) : EI 297 (M<sup>+</sup>) 109 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 0. 92 (3H, t),  
 1. 27~2. 08 (7H, m), 2. 42 (2H,

(28) 封閉平5-163223

53 d), 4. 89 (1H, dd), 6. 52 (2H, d), 6. 68 (2H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 22 (2H, d) 【0306】参考例 138 参考例27と同様にして4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル) ベンジルオキシ-2-メチルアニリンを得た。 原料化合物：4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル) ベンジルオ キシ-2-メチルニトロベンゼン 【0307】理化学的性状 質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 326 10 (M+1), 123 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl <sub>3</sub> , TMS 内部標準) δ: 0. 84~1. 00 (12H, m), 1. 40~ 2. 10 (4H, m), 2. 07 (3H, s), 2. 4 3 (2H, d), 2. 90~3. 30 (2H, br) 4. 97 (1H, dd), 6. 49 (1H, d), 6. 50 (1H, s), 6. 60 (1H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 23 (2H, d) 【0308】参考例 139 参考例127と同様にして4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル) ベンジルオキシアニリンを得た。 原料化合物：4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル) ベンジルオ キシ-2-ロスベンゼン 【0309】理化学的性状 質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 312 (M+1), 147 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl <sub>3</sub> , T MS 内部標準) δ: 0. 86 (6H, d), 0. 92 (3H, d), 0. 95 (3H, d), 1. 46~1. 57 (1H, m), 1. 78~1. 99 (3H, m), 2. 42 (2 H, d), 3. 00~3. 60 (2H, br), 4. 9 8 (1H, dd), 6. 64 (2H, d), 6. 88 (2H, d), 7. 09 (2H, d), 7. 24 (2 H, d) 【0310】参考例 140 参考例127と同様にして2, 3-ジメチル-4-( $\alpha$ -エチル-4- イソブチル) ベンジルオキシニトロベンゼン 【0311】理化学的性状 質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 312 (M+1), 137 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl <sub>3</sub> , T MS 内部標準)	δ: 0. 87 (6H, d), 0. 95 (3H, t), 1. 69~2. 10 (3H, m), 2. 07 (3H, s), 2. 23 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 4. 84 (1H, t), 6. 37 (2H, s), 7. 0 6 (2H, d), 7. 22 (2H, d), 2. 60~ 3. 20 (2H, br) 【0312】参考例 141 参考例127と同様にして2, 3-ジメチル-4-( 4-イソブチル- $\alpha$ -イソブロピル) ベンジルオキシアニ リンを得た。 原料化合物：2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル - $\alpha$ -イソブロピル) ベンジルオキシニトロベンゼン 【0313】理化学的性状 質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 326 (M+1), 189 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl <sub>3</sub> , T MS 内部標準) δ: 0. 87 (6H, d), 0. 91 (3H, d), 1. 02 (3H, d), 1. 75~1. 89 (1H, m), 2. 05~2. 18 (1H, m), 2. 08 (3 H, s), 2. 26 (3H, s), 3. 24 (2H, b r), 4. 71 (1H, d), 6. 35 (2H, s), 7. 07 (2H, d), 7. 18 (2H, d) 【0314】参考例 142 参考例127と同様にして3, 5-ジメチル-4-( 4-イソブチル- $\alpha$ -メチル) ベンジルオキシアニリンを得 た。 原料化合物：3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル - $\alpha$ -メチル) ベンジルオキシニトロベンゼン 【0315】理化学的性状 質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 298 (M+1), 161 (base peak) 核磁気共鳴スペクトル (400MHz, CDCl <sub>3</sub> , T MS 内部標準) δ: 0. 90 (6H, d), 1. 59 (3H, d), 1. 81~1. 91 (1H, m), 2. 02 (6H, s), 2. 46 (2H, d), 3. 38 (2H, b r), 4. 77 (1H, q), 6. 31 (2H, s), 7. 10 (2H, d), 7. 27 (2H, q) 【0316】参考例 143 参考例127と同様にして4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチ ル)-ベンジルオキシ-2, 3-ジメチルアニリンを得 た。 原料化合物：4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル) ベンジルオ キシ-2, 3-ジメチルニトロベンゼン 【0317】理化学的性状 質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 340 (M+1),
---	--

(29)

特許平5-163223

55

56

## 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 84~0. 99 (12H, m), 1. 33~2. 10 (4H, m), 2. 60~2. 40 (2H, br), 2. 07 (3H, s), 2. 22 (3H, s), 2. 42 (2H, d), 4. 96 (1H, dd), 6. 36 (2H, s), 7. 05 (2H, d), 7. 21 (2H, o)

## 【0318】参考例 144

参考例127と同様にして3, 4-ビス-(4-イソブチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原綴化合物: 3, 4-ビス-(4-イソブチル)ベンジルオキシアニトロベンゼン

## 【0319】理化学的性状

質量分析値 (m/z): FAB 418 (M+1)<sup>+</sup>

## 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (8H, d), 0. 91 (8H, d), 1. 78~1. 92 (2H, m), 2. 46 (2H, d), 2. 49 (2H, d), 3. 24~3. 70 (2H, br), 5. 02 (2H, s), 5. 08 (2H, s), 6. 23 (1H, dd), 6. 39 (1H, d), 6. 81 (1H, d), 7. 13 (2H, d), 7. 16 (2H, d), 7. 34 (2H, d), 7. 38 (2H, d)

## 【0320】参考例 145

参考例127と同様にして4-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニリノ)メチル]アニリンを得た。

原綴化合物: N-メチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン

## 【0321】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 268 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 97 (6H, d), 1. 6~2. 0 (1H, m), 2. 35 (2H, d), 2. 88 (3H, s), 3. 4 (2H, s), 6. 5~6. 8 (4H, m), 6. 9~7. 1 (4H, m)

## 【0322】参考例 146

参考例127と同様にして4-[4-(N-エチル-4-イソブチルアニリノ)メチル]アニリンを得た。

原綴化合物: N-メチル-N-(4-ニトロベンジル)-4-イソブチルアニリン

## 【0323】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 282 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 13 (3H, t), 1. 6~2. 0 (1H, m), 1. 33 (2H, d), 3. 38 (2H, q), 3. 2~3. 8 (2H, m), 4. 35 (2H, s), 6. 5~6. 7 (4H, m),

## 6. 9~7. 2 (4H, m)

## 【0324】参考例 147

参考例127と同様にして4-[4-(N-4-ジイソブチルアニリノ)メチル]アニリンを得た。

原綴化合物: N-(4-ニトロベンジル)-N-4-ジイソブチルアニリン

## 【0325】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 310 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 94 (6H, d), 1. 77 (1H, m), 2. 10 (1H, m), 2. 33 (2H, d), 3. 14 (2H, d), 3. 4~3. 7 (2H, m), 4. 45 (2H, s), 6. 5~6. 7 (4H, m), 6. 8~7. 1 (4H, m)

## 【0326】参考例 148

参考例127と同様にして4-[4-イソブチル-N-プロピルアニリノ]メチル]アニリンを得た。

原綴化合物: 4-イソブチル-N-(4-ニトロベンジル)-N-プロピルアニリン

## 【0327】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 296 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 8~1. 0 (9H, m), 1. 5~2. 0 (3H, m), 2. 34 (2H, d), 3. 27 (2H, d), 3. 56 (2H, m), 4. 39 (2H, s), 6. 5~6. 6 (4H, m), 6. 8~7. 1 (4H, m)

## 【0328】参考例 149

参考例127と同様にして4-[4-イソブチル-N-メチルアニリノ]メチル]アニリンを得た。

原綴化合物: 4-イソブチル-N-メチル-N-(3-メチル-4-ニトロベンジル)アニリン

## 【0329】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 282 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 80 (1H, m), 2. 14 (3H, s), 2. 37 (2H, d), 2. 91 (3H, s), 3. 54 (2H, m), 4. 35 (2H, s), 6. 5~6. 8 (3H, m), 6. 8~7. 1 (4H, m)

## 【0330】参考例 150

参考例127と同様にして3-[4-イソブチル-N-メチルアニリノ]メチル]アニリンを得た。

原綴化合物: 4-イソブチル-N-メチル-N-(2-メチル-3-ニトロベンジル)アニリン

## 【0331】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 282 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

(30)

特開平5-163223

57

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 79 (1H, m),  
 2. 09 (3H, s), 3. 36 (2H, d), 2. 9  
 3 (3H, s), 3. 60 (2H, m), 4. 41 (2  
 H, s), 6. 5~6. 7 (4H, m), 6. 8~7.  
 1 (3H, m)

## 【0332】参考例 151

参考例127と同様にしてN-(4-アミノフェニル)-4-イソブチル-N-メチルアニリンを得た。  
 原料化合物: 4-イソブチル-N-メチル-N-(4-ニトロフェニル)アニリン

## 【0333】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 282 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 81 (1H, m),  
 2. 38 (2H, d), 2. 75 (2H, dd), 2.  
 89 (3H, s), 3. 46 (2H, dd), 3. 8~  
 4. 2 (2H, m), 6. 6~6. 9 (4H, m),  
 6. 9~7. 2 (4H, m)

## 【0334】参考例 152

参考例127と同様にして4-アミノ-N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチルベンズアミドを得た。

原料化合物: N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチル-4-ニトロベンズアミド

## 【0335】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 297 (M+1)<sup>+</sup>

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 86 (6H, d), 1. 81 (1H, m),  
 1. 98 (3H, s), 2. 41 (2H, d), 3. 2  
 ~3. 7 (2H, m), 3. 44 (3H, s), 6. 3  
 6 (1H, d), 6. 8~7. 2 (6H, m)

## 【0336】参考例 153

参考例127と同様にしてN-(4-アミノフェニル)-4-イソブチルベンズアミドを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-N-(4-ニトロフェニル)ベンズアミド

## 【0337】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 268 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 90 (1H, m),  
 2. 54 (2H, d), 3. 5~3. 9 (2H, m),  
 6. 6~6. 8 (2H, m), 7. 1~7. 5 (4H,  
 m), 7. 6~7. 9 (3H, m)

## 【0338】参考例 154

参考例127と同様にして4-[N-(4-イソベンジル)-N-メチルアミノ]アニリンを得た。

原料化合物: N-(4-イソブチルベンジル)-N-メチル-4-ニトロアニリン

## 【0339】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 268 (M<sup>+</sup>)

58

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 85 (1H, m),  
 2. 45 (2H, d), 2. 3~2. 7 (2H, m),  
 2. 83 (3H, s), 4. 34 (2H, s), 6. 6  
 7 (4H, s), 7. 0~7. 3 (4H, m)

## 【0340】参考例 155

参考例127と同様にしてエチル-4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブラレートを得た。

10 原料化合物: エチル-4-[2-[N-(2-メチル-4-ニトロフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブラレート

## 【0341】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 356 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 1. 22 (3H, t), 2. 0~2. 6 (7H,  
 m), 3. 56 (2H, m), 4. 11 (2H, q),  
 4. 28 (2H, t), 6. 5~6. 7 (2H, m),  
 6. 9~7. 7 (4H, m), 8. 27 (1H, d)  
 d), 9. 24 (1H, s)

## 【0342】参考例 156

3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]ニトロベンゼン200mg、メタノール3mlと1定量塩酸3mlの混合溶液に、鉄粉100mgを加え、5.0℃に加温して1時間搅拌した。反応液を1規定水酸化カリウム水溶液で中和し、不溶物を滤去し、滤液を酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と醚和食塩で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、滤媒を蒸留去した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマグラフライダー付与し、ヘキサン-酢酸エチル(5:1)の混液で滤出し、3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]アニリン600mgを得た。

## 【0343】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 303 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 61 (3H, d),  
 1. 70~2. 0 (1H, m), 2. 44 (2H,  
 d), 3. 25 (2H, s), 5. 12 (1H, q),  
 6. 34 (1H, dd), 6. 59 (1H, d), 6.  
 69 (1H, d), 7. 0~7. 4 (4H, m)

## 【0344】参考例 157

参考例156と同様にして5-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシアニリンを得た。

原料化合物: 5-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシベンゼン

## 【0345】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (Pos.) 378  
 (M+1), 161 (base peak)

50 核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, 内部

(31)

59

## 標準

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 62 (3H, d),  
 1. 79~1. 96 (1H, m), 1. 88 (3H,  
 s), 1. 93 (3H, s), 2. 46 (2H, d),  
 3. 43 (2H, brs), 5. 09 (1H, q),  
 6. 80 (1H, s), 7. 10 (2H, d), 7. 3  
 1 (2H, d)

【0346】参考例 158

参考例156と同様にして4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)アニリンを得た。

原料化合物: 4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)ニトロベンゼン

## 【0347】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)

$\delta$ : 1. 61 (3H, s), 1. 68 (3H, s),  
 1. 71 (3H, s), 2. 08 (4H, brm),  
 4. 47 (2H, d), 5. 10 (1H, brm),  
 5. 38~5. 56 (1H, m), 6. 78 (4H, b  
 rm)

## 【0348】参考例 159

参考例157と同様にして4-(3, 7-ジメチルオクト-2, -ジエニルオキシ)-2-メチルアニリン

原料化合物: 4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルニトロベンゼン

## 【0349】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)

$\delta$ : 1. 60 (3H, s), 1. 68 (3H, s),  
 1. 70 (3H, s), 2. 08 (6H, brm),  
 2. 23 (3H, s), 4. 46 (2H, d), 5. 0  
 0~5. 18 (1H, m), 5. 38~5. 56 (1  
 H, m), 6. 71 (3H, brm)

## 【0350】参考例 160

参考例157と同様にして2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)アニリンを得た。

原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)ニトロベンゼン

## 【0351】理化学的性状

質量分析録 (m/z): FAB (Pos.) 274  
 (M+1)<sup>+</sup>, 137 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, 内部標準)

$\delta$ : 1. 60 (3H, s), 1. 70 (6H, s),  
 2. 08 (7H, m), 2. 18 (3H, s), 2. 5  
 0 (2H, br), 4. 45 (2H, d), 5. 12  
 (1H, m), 5. 51 (1H, t), 6. 53 (1  
 H, d), 6. 63 (1H, d)

## 【0352】参考例 161

翁開平5-163223

60

参考例156と同様にして4-アミノ-cis-ステル  
 ベンを得た。

原料化合物: 4-ニトロ-cis-ステルベニ

## 【0353】理化学的性状

質量分析録 (m/z): GC-MS 195 (M<sup>+</sup>,  
 basepeak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)

$\delta$ : 3. 68 (2H, br), 6. 45 (2H, s),  
 6. 52 (2H, d), 7. 07 (2H, d), 7. 1

## 8~7. 38 (5H, m)

## 【0354】参考例 162

参考例156と同様にして4-アミノ-trans-ス  
 テルベンを得た。

原料化合物: 4-ニトロ-trans-ステルベニ

## 【0355】理化学的性状

質量分析録 (m/z): GC-MS 195 (M<sup>+</sup>,  
 basepeak)

核磁気共鳴スペクトル (90MHz, CDCl<sub>3</sub>, TM S内部標準)

$\delta$ : 3. 73 (2H, br), 6. 54 (2H, d),  
 6. 87 (1H, d), 7. 07 (1H, d), 7. 1

## 8~7. 54 (7H, m)

## 【0356】参考例 163

参考例156と同様にして4-アミノ-4'-イソブチ  
 ル-trans-ステルベニを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-4'-ニトロ-trans-  
 ステルベニ

## 【0357】理化学的性状

質量分析録 (m/z): EI 251 (M<sup>+</sup>) 20  
 8 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, T  
 MS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 72~2. 06 (1  
 H, m), 2. 45 (2H, d), 3. 72 (2H, b  
 rs), 6. 70 (2H, d), 6. 84 (1H,  
 d), 7. 03 (1H, d), 7. 11 (2H, d),  
 7. 32 (2H, d), 7. 38 (2H, d)

## 【0358】参考例 164

参考例156と同様にして4-アミノ-4'-イソブチ  
 ル-cis-ステルベニを得た。

原料化合物: 4-イソブチル-4'-ニトロ-cis-  
 ステルベニ

## 【0359】理化学的性状

質量分析録 (m/z): EI 251 (M<sup>+</sup>) 20  
 8 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (100MHz, CDCl<sub>3</sub>, T  
 MS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 67~2. 06 (1  
 H, m), 2. 45 (2H, d), 3. 67 (2H, b

(32)

符號平5-163223

61

r) , 8. 43 (2H, s), 8. 54 (2H, d),  
7. 00 (2H, d), 7. 10 (2H, d), 7. 2  
2 (2H, d)

【0360】参考例 165

4-アミノ-2-クレゾール370mg, 2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)安息香酸760mg, トリエチルアミン360mg及び1-ヒドロキシベンゾトリアゾール600mgとN-, N-ジメチルホルムアミド10mlの溶液に、1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カルボキシド塩酸塩990mgを加え、室温で3、5時間搅拌した。反応液に水を加え酢酸エチルを抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で順次洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、濾液濃縮した。得られた結晶性残渣をエタノールから再結晶することにより、エチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート560mgを得た。

【0361】理化学的性状

質量分析値(分子式) : 358 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 1. 23 (3H, t), 2. 1~2. 7 (7H, m), 4. 14 (2H, q), 4. 25 (2H, t),  
6. 29 (1H, s), 6. 72 (1H, d), 6. 8  
~7. 6 (5H, m), 8. 27 (1H, dd), 9.  
67 (1H, s)

【0362】参考例 166

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-アミノ-2, 3-ジメチルフェノール

【0363】理化学的性状

質量分析値(分子式) : 372 (M\*)

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 1. 22 (3H, t), 2. 13 (3H, s),  
2. 20 (3H, s), 2. 24 (2H, m), 2. 5  
1 (2H, t), 4. 11 (2H, q), 4. 28 (2  
H, t), 6. 25 (1H, s), 6. 51 (1H,  
s), 7. 04 (1H, d), 7. 1~7. 2 (2H,  
m), 7. 48 (1H, dt), 8. 31 (1H, d  
d), 9. 34 (1H, s)

【0364】参考例 167

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-2, 5-ジメチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-アミノ-2, 5-ジメチルフェノール

【0365】理化学的性状

質量分析値(分子式) : 371 (M\*)

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 1. 21 (3H, t), 2. 13 (3H, s),  
2. 16 (3H, s), 2. 21~2. 60 (4H,

62

m), 4. 11 (2H, q), 4. 27 (2H, t),  
6. 45 (1H, s), 6. 84 (1H, s), 6. 9  
9~7. 59 (4H, m), 8. 32 (1H, dd),  
9. 31 (1H, s)

【0366】参考例 168

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-アミノフェノール

【0367】理化学的性状

質量分析値(分子式) : 343 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 1. 24 (3H, t), 2. 2~2. 7 (4H,  
m), 4. 15 (2H, q), 4. 26 (2H, t),  
6. 6~7. 6 (7H, m), 7. 91 (1H, t),  
8. 24 (1H, dd), 9. 92 (1H, s)

【0368】参考例 169

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-アミノ-2-メチルフェノール

【0369】理化学的性状

質量分析値(分子式) : 358 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 1. 22 (3H, t), 2. 17 (3H, s),  
2. 2~2. 6 (4H, m), 4. 11 (2H, q),  
4. 30 (2H, t), 6. 04 (1H, s), 6.  
59 (1H, d), 6. 9~7. 3 (3H, m), 7. 3  
~7. 6 (2H, m), 8. 32 (1H, dd), 9.  
52 (1H, s)

【0370】参考例 170

参考例165と同様にしてエチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-4-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 3-アミノ-6-メチルフェノール

【0371】理化学的性状

質量分析値(分子式) : 358 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 1. 24 (3H, t), 2. 21 (3H, s),  
2. 3~2. 5 (2H, m), 2. 5~2. 7 (2H,  
m), 4. 16 (2H, q), 4. 26 (2H, t),  
6. 82 (1H, dd), 6. 9~7. 3 (4H,  
m), 7. 48 (1H, dt), 8. 28 (1H, d  
d), 9. 88 (1H, s)

【0372】参考例 171

エチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 340mg, 1-(4-イソブチルフェニル)エチルプロマイド250mg及びトラブチルアンモニウムプロマ  
50 イド30mgと2-ブタノン8mlの溶液に、炭酸カリ

(33)

特開平5-163223

64

ウム 160 mg を加え、2 時間加熱還流した。室温にまで放冷した後、水を加え、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧濃縮した。得られた無濁をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル (4 : 1) の混液で溶出することにより、エチル 4-[2-[N-[4-(イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブチレート 370 mgを得た。

## 【0373】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 518 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準) δ : 1. 90 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 62 (3H, d), 1. 85 (1H, m), 2. 27 (2H, m), 2. 32 (3H, s), 2. 45 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 4. 15 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 5. 28 (1H, q), 6. 70 (1H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 2~7. 4 (3H, m), 7. 4~7. 5 (2H, m), 8. 28 (1H, d, d), 9. 64 (1H, s)

## 【0374】参考例 172

参考例 171 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-ヒドロキシ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## 【0375】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 532 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準) δ : 0. 89 (6H, d), 1. 20 (3H, t), 1. 61 (3H, d), 1. 85 (1H, m), 2. 17 (3H, s), 2. 19~2. 22 (2H, m), 2. 28 (3H, s), 2. 46 (2H, q), 4. 06~4. 13 (2H, m), 4. 26 (2H, t), 5. 26 (1H, q), 6. 56 (1H, s), 7. 01 (1H, d), 7. 09~7. 12 (3H, m), 7. 25~7. 29 (2H, m), 7. 42~7. 47 (1H, m), 7. 62 (1H, s), 8. 28 (1H, d, d), 9. 24 (1H, s)

## 【0376】参考例 173

参考例 171 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ] ブチレート

## 【0377】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 490 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

δ : 0. 91 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 87 (1H, m), 2. 30 (2H, m), 2. 48 (2H, d), 2. 57 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 07 (2H, s), 6. 75 (1H, dd), 7. 01 (1H, d), 7. 0~7. 2 (4H, m), 7. 2~7. 3 (1H, m), 7. 36 (2H, d), 7. 47 (1H, d), 7. 63 (1H, s), 8. 27 (1H, d), 9. 86 (1H, s)

## 【0378】参考例 174

参考例 171 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ] ブチレート

## 【0379】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 518 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準) δ : 0. 89 (6H, d), 1. 23 (3H, t), 1. 62 (3H, d), 1. 84 (1H, m), 2. 24 (2H, m), 2. 30 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 2. 51 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 32 (2H, t), 5. 29 (1H, q), 6. 58 (1H, d), 7. 0~7. 2 (5H, m), 7. 27 (2H, d), 7. 48 (1H, d), 7. 58 (1H, d), 8. 30 (1H, dd), 9. 51 (1H, s)

## 【0380】参考例 175

参考例 171 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-4-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブチレートを得た。

原料化合物: エチル 4-[2-[N-(3-ヒドロキシ-4-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ] ブチレート

## 【0381】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 518 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準) δ : 0. 88 (6H, d), 1. 23 (3H, t), 1. 63 (3H, d), 1. 84 (1H, m), 2. 23 (2H, m), 2. 28 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 2. 52 (2H, t), 4. 13 (2H, q), 4. 23 (2H, t), 5. 43 (1H, q), 6. 93 (1H, d), 6. 98 (1H, d), 7. 0~7. 2 (4H, m), 7. 33 (2H, d), 7. 45 (2H, m), 8. 25 (1H, d), 9. 68 (1H, s)

(34)

特許平5-163223

65

## [0382] 参考例 177

参考例 171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4,α-ジメチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：エチル [[N-[2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート、1-(4-メチルフェニル)エチルプロマイド

## [0383] 球化学的性状

質量分析値 (m/z) : 490 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)  
δ: 1. 21 (3H, t), 1. 62 (3H, d),  
2. 17~2. 22 (2H, m), 2. 22 (3H, s),  
2. 28 (3H, s), 2. 32 (3H, s), \*

元素分析値 (C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>NO, として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74. 25	7. 59	2. 71
実験値	74. 24	7. 37	2. 74

## [0386] 参考例 179

参考例 171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-エチル-2-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：エチル [[N-[2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート、1-(4-エチルフェニル)エチルプロマイド

## [0387] 球化学的性状

質量分析値 (m/z) : 504 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)  
δ: 1. 21 (3H, t), 1. 27 (3H, t),  
1. 62 (3H, d), 2. 17~2. 24 (2H, m), 2. 22 (3H, s), 2. 28 (3H, s),  
2. 49 (2H, t), 2. 62 (2H, q), 4. 10 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 5. 26 (1H, q), 6. 62 (1H, d), 7. 01~7. 48 (8H, m), 8. 26 (1H, dd), 9. 25 (1H, s)

## [0388] 参考例 180

参考例 171と同様にしてエチル 4-[2-[N-(4-ベンズヒドリルアミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## [0389] 球化学的性状

質量分析値 (m/z) : 522 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)  
δ: 1. 21 (3H, t), 2. 19 (5H, m),

66

\* 2. 49 (2H, t), 4. 09 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 5. 25 (1H, q), 6. 62 (1H, d), 7. 01~7. 47 (8H, m), 8. 26 (1H, dd), 9. 24 (1H, s)

## 【0384】参考例 178

参考例 171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2,3-ジメチル-4-(4-ブロピル-2-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

19 原料化合物：エチル [[N-[2,3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート、1-(4-ブロピルフェニル)エチルプロマイド

## [0385] 球化学的性状

融点 85~86°C

(C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>NO, として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74. 25	7. 59	2. 71
実験値	74. 24	7. 37	2. 74

20 2. 48 (2H, t), 4. 10 (2H, q), 4. 20 (1H, m), 4. 25 (2H, t), 5. 49 (1H, s), 6. 42 (2H, m), 7. 01 (1H, d), 7. 10 (1H, t), 7. 2~7. 4 (10H, m), 7. 44 (1H, dt), 7. 52 (1H, d), 8. 26 (1H, dd), 9. 20 (1H, s)

## 【0390】参考例 181

参考例 171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[ビス(4-ブロピルフェニル)メチルアミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## [0391] 球化学的性状

質量分析値 (m/z) : 606 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)  
δ: 0. 93 (6H, t), 1. 21 (3H, t), 1. 61 (4H, m), 2. 19 (5H, m), 2. 48 (2H, t), 2. 56 (4H, t), 4. 10 (2H, q), 4. 17 (1H, s), 4. 25 (2H,

40 1), 5. 43 (1H, s), 6. 41 (2H, m), 7. 01 (1H, d), 7. 09~7. 13 (5H, m), 7. 24 (4H, d), 7. 44 (1H, d), 7. 51 (1H, d), 8. 26 (1H, d), 9. 18 (1H, s)

## 【0392】参考例 182

参考例 171と同様にしてエチル 4-[2-[N-[N-ビス(4-イソブチルベンジルアミノ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

50 原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-

(35)

特許平5-1633223

67

2-メチルフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチレート

## 【0393】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 648 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (1H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 85 (2H, m), 2. 1~2. 3 (5H, m), 2. 45 (4H, d), 2. 49 (2H, t), 4. 10 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 4. 59 (4H, s), 6. 62 (2H, m), 7. 01 (1H, d), 7. 07~7. 16 (9H, m), 7. 44 (1H, d), 7. 57 (1H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 22 (1H, s)

## 【0394】参考例 183

エチル【N-[2, 3-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチレート 370 mgとテトラヒドロフラン 10 mlの溶液に60%水素化ナトリウム 400 mgを加え室温で7時間搅拌した。反応液の底部を漏斗下に除き、得られた残留物をN,N-ジメチルテルミド 5 mlに溶解した。この溶液を、1-(4-イソブリオルフェニル)エチルプロマイド 250 mgとN,N-ジメチルホルムアミド 5 mlの溶液に氷冷下に加え、室温で7時間搅拌した。反応液に酢酸エチル 100 mlを加え、水洗、飽和食塩水洗浄後、漏斗を絞り、得られた油状物を、シリカゲルカラムクロマトグラフィー(シリカゲル 5 g 使用)に付し、トルエン: 酢酸エチル = 9: 1の溶液で溶出し、エチル4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブリオル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ】ブチレート 150 mgを得た。

## 【0395】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 518 (M+1)<sup>\*</sup>核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 20 (3H, t), 1. 23 (6H, d), 1. 62 (3H, d), 2. 20 (2H, t), 2. 22 (3H, s), 2. 28 (3H, s), 2. 49 (2H, t), 2. 88 (1H, quint), 4. 09 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 5. 27 (1H, q), 6. 64 (1H, d), 7. 01~7. 47 (8H, m), 8. 26 (1H, dd), 9. 26 (1H, s)

## 【0396】参考例 184

4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2, 6-ジメチルニトロベンゼン 510 mgのエタノール 25 ml溶液に、融解白金 450 mgを加え、水素雰囲気下、常温室温で7時間搅拌した。不溶物をろ去し、ろ液の溶液を漏斗下留去し、残留物をトルエン 25 mlに溶けし、再度溶液を漏斗下留去し、組成の4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2, 6-ジ

68

メチルアニリンを得た。このものとトリエチルアミン 0. 33 mlのメチレンクロライド 10 mlに溶被に、2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)安息香酸 4. 70 mg、より調製した組成の2-(3-エトキシカルボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライドを、冰冷下に加え、室温で一夜搅拌した。反応液に酢酸エチル 50 mlを加え、水、1 増定粗塩、飽和食塩水、饱和炭酸水素ナトリウム水溶液、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥後、滤液を漏斗下留去した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン: 酢酸エチル (4: 1) の溶液で溶出し、エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル-2-メチルベンジルオキシ)-2, 6-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ】ブチレート 360 mgを得た。

## 【0397】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 532 (M+1)<sup>\*</sup>核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 20 (3H, t), 1. 57~1. 61 (5H, m), 1. 85 (1H, m), 2. 20 (6H, s), 2. 44~2. 49 (4H, m), 4. 08 (2H, q), 4. 24 (2H, t), 5. 26 (1H, q), 6. 64 (1H, s), 7. 02 (1H, d), 7. 09~7. 12 (3H, m), 7. 26~7. 29 (2H, m), 7. 44~7. 48 (1H, m), 8. 24 (1H, dd), 8. 85 (1H, s)

## 【0398】参考例 185

参考例 184と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2, 3, 5-トリメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ】ブチレートを得た。

別途化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2, 3, 5-トリメチルニトロベンゼン

## 【0399】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 546 (M+1)<sup>\*</sup>核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 91 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 59~1. 62 (3H, m), 1. 87 (1H, m), 2. 09 (3H, s), 2. 16 (3H, s), 2. 17 (3H, s), 2. 20~2. 26 (2H, m), 2. 47~2. 52 (4H, m), 4. 11 (2H, q), 4. 29 (2H, t), 4. 85 (1H, q), 7. 04 (1H, d), 7. 11~7. 14 (3H, m), 7. 31 (2H, d), 7. 45~7. 49 (2H, m), 8. 30 (1H, dd), 9. 35 (1H, s)

## 【0400】参考例 186

参考例 184と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2-エチル-4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ】ブチレ

(36)

特開平5-163223

69

70

トを得た。

原鉱化物：3-エチル-4-ニトロ-[1-(4-イソブチルフェニル)エトキシ]ベンゼン  
【0401】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 532 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0. 88 (6H, d), 1. 20 (6H, m),  
1. 82 (3H, d), 1. 85 (1H, m), 2. 2  
0 (2H, m), 2. 45 (4H, m), 2. 60 (2  
H, q), 4. 10 (2H, q), 4. 27 (2H,  
t), 5. 27 (1H, q), 6. 72 (1H, d  
d), 6. 79 (1H, d), 7. 01 (1H, d),  
7. 10 (3H, m), 7. 27 (2H, m), 7. 4  
5 (1H, m), 7. 64 (1H, d), 8. 27 (1  
H, d), 9. 26 (1H, s)  
【0402】参考例 187

4-(4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルア  
リニン (21.4mg, 0.79mmol), トリエチルアル  
ミニ500μl, 塩化メチレン (又はテトラヒドロフ  
ラン) 2ml の溶液に温め、2-(3-エトキシカル  
ボニルプロポキシ)ベンゾイルクロライド (21.5mg  
, 0.79mmol) の塩化メチレン (又はテトラヒド  
ロフラン) 溶液500μl を加え、2 分間攪拌した。  
反応液を水-1 級純度の水に注ぎ、酢酸エチルで抽出  
した。抽出液を水-飽和食塩水でそれから洗浄し、無水  
硫酸ナトリウムで乾燥した後、減圧濃縮し、残渣をシリ  
カゲルカラムクロマトグラフィーに行し、ヘキサン: 酢  
酸エチル (6: 1) の混合液で溶出し、目的のエチル 4  
-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバパイル]フェノキ  
シ] プレート255mgを得た。

【0403】理化学的性状  
質量分析値 (m/z) : 504 (M+1)<sup>\*</sup>, 147  
(base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, T  
MS内部標準)  
δ: 0. 90 (6H, d), 1. 21 (3H, t),  
1. 78~1. 93 (1H, m), 2. 23 (2H, q  
uint), 2. 31 (s, 3H), 4. 11 (2H,  
q), 4. 29 (2H, t), 2. 48 (2H, d),  
2. 49 (2H, t), 5. 03 (2H, s), 6. 8  
5~6. 89 (2H, m), 7. 06 (1H, d),  
7. 14 (1H, t), 7. 18 (2H, d), 7. 3  
6 (2H, d), 7. 45~7. 52 (1H, m),  
7. 82 (1H, d), 8. 31 (1H, dd), 9.  
36 (1H, s)

【0404】参考例 188

参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-  
[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチルベンジル)

オキシフェニル]カルバパイル]フェノキシ] プレート

トを得た。

原鉱化物：2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル  
ベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボ  
ニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0405】理化学的性状  
質量分析値 (m/z) : 518 (M+1)<sup>\*</sup>, 115  
(base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, T  
MS内部標準)

δ: 0. 90 (6H, d), 1. 21 (3H, t),  
1. 79~1. 92 (1H, m), 2. 22 (2H, q  
uint), 2. 25 (3H, s), 2. 26 (3H,  
s), 2. 49 (2H, d), 2. 50 (2H, t),  
4. 12 (2H, q), 4. 29 (2H, t), 5. 0  
5 (2H, s), 6. 86 (1H, d), 7. 06 (1  
H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 19 (2H,  
d), 7. 37 (2H, d), 7. 46~7. 52 (1  
H, m), 7. 53 (1H, d), 8. 31 (1H, d  
d), 9. 34 (1H, s)  
【0406】参考例 189

参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-  
[4-(4-イソブチル-α-メチル)ベンジルオキシ  
フェニル]カルバパイル]フェノキシ] プレート  
原鉱化物：4-(4-イソブチル-α-メチルベンジ  
ルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)  
プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0407】理化学的性状  
質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 504  
(M+1)<sup>\*</sup>

30 161 (base peak)  
δ: 0. 89 (6H, d), 1. 22 (3H, t),  
1. 82 (3H, d), 1. 79~1. 90 (1H,  
m), 2. 27 (2H, q uint), 2. 45 (2  
H, d), 2. 56 (2H, t), 4. 14 (2H,  
q), 4. 26 (2H, t), 5. 29 (1H, q),  
6. 89 (2H, d), 7. 02 (1H, d), 7. 1  
1 (2H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 26 (2  
H, d), 7. 44~7. 51 (1H, m), 7. 53  
(2H, d), 8. 29 (1H, dd), 9. 70 (1  
H, s)

【0408】参考例 190

参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-  
[4-(α-エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)  
フェニル]カルバパイル]フェノキシ] プレートを得  
た。

原鉱化物：4-(α-エチル-4-イソブチルベンジ  
ルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)  
プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0409】理化学的性状  
質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 519

(37)

翁爾平5-163223

71

72

(M+D)。

343 (base peak)

核磁共振共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.87 (6H, d), 0.99 (3H, t), 1.20 (3H, t), 1.78~1.92 (2H, m), 1.91~2.08 (1H, m), 2.26 (2H, quint), 2.44 (2H, d), 2.55 (2H, t), 4.13 (2H, q), 4.25 (2H, t), 4.98 (1H, t), 6.87 (2H, d), 7.00 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.12 (1H, t), 7.22 (2H, d), 7.43~7.52 (1H, m), 7.50 (2H, d), 8.27 (1H, dd), 9.67 (1H, s)

【0410】参考例 191

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。原料化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピオキシンベンジルクロライド

【0411】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (M+1)' , 161 (base peak)

核磁共振共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.89 (6H, d), 1.22 (3H, t), 1.63 (3H, d), 1.77~1.92 (1H, m), 2.20 (2H, quint), 2.25 (3H, s), 2.46 (2H, d), 2.48 (2H, t), 4.10 (2H, q), 4.28 (2H, t), 5.29 (1H, q), 6.74~6.80 (2H, m), 7.05 (1H, d), 7.14 (2H, d), 7.14 (1H, t), 7.27 (2H, d), 7.4~7.51 (1H, m), 7.73 (1H, d), 8.30 (1H, dd), 9.32 (1H, s)

【0412】参考例 192

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。原料化合物: 4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピオキシンベンジルクロライド

【0413】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (M+1)' , 175 (base peak)

核磁共振共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

MS内部標準)

$\delta$ : 0.88 (6H, d), 0.99 (3H, t), 1.20 (3H, t), 1.77~1.90 (2H, m), 1.92~2.07 (1H, m), 2.20 (2H, quint), 2.24 (3H, s), 2.46 (2H, t), 4.11 (2H, q), 4.28 (2H, t), 4.99 (1H, t), 6.73 (1H, d), 6.79 (1H, d), 7.05 (1H, d), 7.12 (2H, d), 7.14 (1H, t), 7.27 (2H, d), 7.45~7.51 (1H, m), 7.68 (1H, d), 8.29 (1H, dd), 9.29 (1H, s)

【0414】参考例 193

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。原料化合物: 4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピルベンジルオキシ)アミニン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピオキシンベンジルクロライド

【0415】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (M+1)' , 189 (base peak)

核磁共振共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.87 (6H, d), 0.88 (3H, d), 1.06 (3H, d), 1.22 (3H, t), 1.79~1.90 (1H, m), 2.05~2.21 (1H, m), 2.26 (2H, quint), 2.45 (2H, d), 2.56 (2H, t), 4.14 (2H, q), 4.26 (2H, t), 4.67 (1H, d), 6.86 (2H, d), 7.02 (1H, d), 7.11 (2H, d), 7.14 (1H, t), 7.24 (2H, d), 7.44~7.52 (1H, m), 7.49 (2H, d), 8.29 (1H, dd), 9.67 (1H, s)

【0416】参考例 194

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。原料化合物: 4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピオキシンベンジルクロライド

【0417】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (M+1)' , 189 (base peak)

核磁共振共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.87 (6H, d), 0.87 (3H, d),

(38)

特開平5-163223

73

74

1. 05 (3H, d), 1. 20 (3H, t), 1. 7  
8~1. 90 (1H, m), 2. 04~2. 11 (1  
H, m), 2. 20 (2H, quin t), 2. 23  
(3H, s), 2. 44 (2H, d), 2. 49 (2  
H, t), 4. 11 (2H, q), 4. 28 (2H,  
t), 4. 77 (1H, d), 6. 71 (1H, d),  
6. 77 (1H, d), 7. 05 (1H, d),  
7. 11 (2H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 2  
4 (2H, d), 7. 45~7. 52 (1H, m),  
7. 66 (1H, d), 8. 30 (1H, dd), 9.  
28 (1H, s)

[0418] 参考例 195

壳塗例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-クロロ-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封合物：3-クロロ-4-[1-(4-イソブチルフェニル)エキシ]アニリン

[0419] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 538 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 21 (3H, t),  
1. 66 (3H, d), 1. 6~2. 0 (1H, m),  
1. 6~2. 6 (6H, m), 4. 12 (2H, q),  
4. 23 (2H, t), 5. 28 (1H, q), 6. 7  
6 (1H, d), 6. 9~7. 6 (8H, m), 7. 7  
8 (1H, d), 8. 22 (1H, dd), 9. 66  
(1H, s)

[0420] 参考例 196

壳塗例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封合物：4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン、-2- $\beta$ -エトキカルボニル)プロピルオキシベンジルクロライド

[0421] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB 546 (M+1)

1. 93 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 0. 94 (3H, t),  
1. 20 (3H, t), 1. 36~1. 58 (2H,  
m), 1. 69~1. 89 (2H, m), 1. 90~  
2. 04 (1H, m), 2. 20 (2H, quin  
t), 2. 23 (3H, s), 2. 45 (2H, t),  
4. 10 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 0  
6 (1H, dd), 6. 72 (1H, dd), 6. 77  
(1H, d), 7. 04 (1H, d), 7. 11 (2  
H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 24 (2H,

d), 7. 44~7. 52 (1H, m), 7. 67 (1  
H, d), 8. 29 (1H, dd), 9. 28 (1H,  
s)

[0422] 参考例 197

壳塗例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封合物：4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピルベンジルオキシ)アニリン、2-(3-エトキカルボニル)プロピルオキシベンジルクロライド

[0423] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB 532 (M+1),  
147 (base peak)核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 94 (3H, t),  
1. 21 (3H, t), 1. 33~1. 55 (2H,  
m), 1. 70~1. 89 (2H, m), 1. 90~  
2. 05 (1H, m), 2. 26 (2H, quin  
t), 2. 43 (2H, d), 2. 55 (2H, t),  
4. 13 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 5. 0  
5 (1H, dd), 6. 86 (2H, d), 7. 01  
(1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 13 (1  
H, t), 7. 26 (2H, d), 7. 43~7. 51  
(1H, m), 7. 49 (2H, d), 8. 27 (1  
H, dd), 9. 67 (1H, s)

[0424] 参考例 198

壳塗例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封合物：4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2-メチルアニリン、2-(3-エトキカルボニル)プロピルオキシベンジルクロライド

[0425] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (pos.) CD, O  
D前駆561 (M+D)<sup>+</sup> 147 (base peak)核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 93 (3H, d),  
0. 97 (3H, d), 1. 18 (3H, t), 1. 4  
8~1. 59 (1H, m), 1. 78~2. 01 (3  
H, m), 2. 18 (2H, quin t), 2. 22  
(3H, s), 2. 42 (2H, d), 2. 46 (2  
H, t), 4. 09 (2H, q), 4. 26 (2H,  
t), 5. 11 (1H, dd), 6. 71 (1H, d),  
6. 76 (1H, d), 7. 03 (1H, d),  
7. 10 (2H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 2

(39) 特開平5-163223

75

6 (2H, d), 7, 42~7, 50 (1H, m),  
7, 66 (1H, d), 8, 28 (1H, dd), 9,  
28 (1H, s)

【0426】参考例 199

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-イソブチルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] プチレートを得た。  
原料化合物: 4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルオキシ) アニリン、2-(3-エトキシカルボニル) プロピルオキシベンジルクロライド

【0427】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (P.o.s.) 546  
(M+1)<sup>+</sup>, 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0, 87 (6H, d), 0, 94 (3H, d),  
0, 98 (3H, d), 1, 21 (3H, t), 1, 5  
1~1, 60 (1H, m), 1, 78~2, 02 (3  
H, m), 2, 25 (2H, quint), 2, 43  
(2H, d), 2, 54 (2H, t), 4, 13 (2  
H, q), 4, 25 (2H, t), 5, 13 (1H, d  
d), 6, 86 (2H, d), 7, 00 (1H, d),  
7, 11 (2H, d), 7, 13 (1H, t), 7, 2  
6 (2H, d), 7, 42~7, 51 (1H, m),  
7, 49 (2H, d), 8, 27 (1H, dd), 9,  
67 (1H, s)

【0428】参考例 200

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチルベンジルオキシ) アニリン、2-(3-エトキシカルボニル) プロピルオキシベンジルクロライド

【0429】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (P.o.s.) CD, O D添加

547 (M+D)<sup>+</sup>, 175 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0, 88 (6H, d), 1, 00 (3H, t),  
1, 20 (3H, t), 1, 79~2, 09 (3H,  
m), 2, 20 (2H, quint), 2, 23 (3  
H, s), 2, 31 (3H, s), 2, 44 (2H,  
d), 2, 49 (2H, t), 4, 11 (2H, q),  
4, 27 (2H, t), 5, 02 (1H, t), 6, 5  
9 (1H, d), 7, 04 (1H, d), 7, 11 (2  
H, d), 7, 12 (1H, t), 7, 26 (2H,  
d), 7, 30 (1H, d), 7, 43~7, 51 (1

76

H, m), 8, 28 (1H, dd), 9, 28 (1H,  
s)

【0430】参考例 201

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: 2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソブチルベンジルオキシ) アニリン、2-(3-エトキシカルボニル) プロピルオキシベンジルクロライド

【0431】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (P.o.s.) CD,  
OD添加

561 (M+D)<sup>+</sup>, 189 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0, 87 (6H, d), 0, 94 (3H, d),  
1, 04 (3H, d), 1, 20 (3H, t), 1, 7  
6~1, 89 (1H, m), 2, 07~2, 23 (1  
H, m), 2, 20 (2H, quint), 2, 22  
(3H, s), 2, 36 (3H, s), 2, 43 (2  
H, d), 2, 48 (2H, t), 4, 10 (2H,  
q), 4, 26 (2H, t), 4, 84 (1H, d),  
6, 53 (1H, d), 7, 03 (1H, d), 7, 0  
9 (2H, d), 7, 17 (1H, t), 7, 21 (2  
H, d), 7, 26 (1H, d), 7, 44~7, 51  
(1H, m), 8, 27 (1H, dd), 9, 23 (1  
H, s)

【0432】参考例 202

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[5-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: 5-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ) アニリン、2-(3-エトキシカルボニル) プロピルオキシベンジルクロライド

【0433】参考例 203

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: 3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ) アニリン、2-(3-エトキシカルボニル) プロピルオキシベンジルクロライド

【0434】理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (P.o.s.) 532  
(M+1)<sup>+</sup>, 161 (base peak)

(40)

特許平5-163223

78

## 核磁気共鳴スペクトル (4.0MHz, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 24 (3H, t), 1. 63 (3H, d), 1. 81~1. 91 (1H, m), 2. 13 (6H, s), 2. 30 (2H, quint), 2. 47 (2H, d), 2. 58 (2H, t), 4. 14 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 4. 87 (1H, q), 7. 01 (1H, d), 7. 12 (2H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 29 (2H, d), 7. 29 (2H, s), 7. 44~7. 48 (1H, m), 8. 27 (1H, dd), 9. 67 (1H, s)

## 【0435】参考例 204

参考例 87と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2, 3-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-2, 3-ジメチルアニリン, 2-(3-エトキシンカルボン)プロピリオキシンベンゾイルクロライド

## 【0436】理化学的性状

質量分析組 ( $m/z$ ): FAB (Pos.) CD, C D添加

547 (M+D)<sup>+</sup>, 147 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (2.70MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 0. 95 (3H, d), 0. 99 (3H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 55~1. 64 (1H, m), 1. 80~1. 95 (2H, m), 1. 95~2. 12 (1H, m), 2. 23 (2H, quint), 2. 25 (3H, s), 2. 33 (3H, s), 2. 47 (2H, d), 2. 53 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 5. 15 (1H, dd), 6. 61 (1H, d), 7. 04 (1H, d), 7. 12 (2H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 25 (2H, d), 7. 32 (1H, d), 7. 45~7. 52 (1H, m), 8. 33 (1H, dd), 9. 31 (1H, s)

## 【0437】参考例 205

参考例 87と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2-メチル-4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベンジルオキシ)-3-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 2-メチル-4-[1-(4-イソブチルフェニル)-3-メチルブロトキシ]ニトロベンゼン

## 【0438】理化学的性状

質量分析組 ( $m/z$ ): 560 (M+1)<sup>+</sup>

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 0. 96 (6H, q), 1. 20 (3H, t), 1. 52~1. 61 (1H,

m), 1. 81~1. 89 (1H, m), 1. 92~2. 00 (1H, m), 2. 17~2. 26 (2H, m), 2. 23 (3H, s), 2. 42~2. 49 (4H, m), 4. 09 (2H, q), 4. 25 (2H, q), 5. 10 (1H, q), 6. 68~6. 75 (2H, m), 7. 01~7. 29 (6H, m), 7. 43~7. 47 (1H, m), 7. 64 (1H, d), 8. 26 (1H, dd), 9. 26 (1H, s)

## 【0439】参考例 206

参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物: 4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)アリシン, 2-(3-エトキシンカルボニル)プロピリオキシベンゾイルクロライド

## 【0440】理化学的性状

質量分析組 ( $m/z$ ): FAB 480 (M+1)<sup>+</sup>, 154 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (2.70MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 23 (3H, t), 1. 61 (3H, s), 1. 68 (3H, s), 1. 74 (3H, s), 1. 97~2. 16 (4H, m), 2. 39 (2H, quint), 2. 58 (2H, t), 4. 16 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 4. 55 (2H, d), 5. 12 (1H, m), 5. 52 (1H, t), 6. 94 (2H, dd), 7. 03 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 45~7. 48 (1H, m), 7. 61 (2H, d), 8. 30 (1H, dd), 9. 75 (1H, s)

## 【0441】参考例 207

参考例 187と同様にして4-[2-[N-[4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

原料化合物: 4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルアニリン, 2-(3-エトキシンカルボニル)プロピリオキシベンゾイルクロライド

## 【0442】理化学的性状

質量分析組 ( $m/z$ ): FAB (Pos.) 494 (M+1)<sup>+</sup>

核磁気共鳴スペクトル (2.70MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 21 (3H, t), 1. 61 (3H, s), 1. 68 (3H, s), 1. 74 (3H, s), 1. 97~2. 16 (4H, m), 2. 23 (2H, quint), 2. 31 (3H, s), 2. 50 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 30 (2H, t), 4. 5

(4)

特開平5-163223

80

4 (2H, d), 5. 12 (1H, m), 5. 51 (1H, t), 6. 82 (2H, m), 7. 06 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 46~7. 53 (1H, m), 7. 81 (1H, d), 8. 32 (1H, d), 9. 36 (1H, s)

【0443】参考例 208

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。  
原料化合物：2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニル)オキシアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0444】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 508 (M+1)\*

317 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 1. 22 (3H, t), 1. 61 (3H, s), 1. 70 (3H, s), 1. 73 (3H, s), 1. 98~2. 15 (4H, m), 2. 21 (3H, s), 2. 24 (3H, s), 2. 17~2. 27 (2H, m), 2. 52 (2H, t), 4. 13 (2H, q), 4. 29 (2H, t), 4. 55 (2H, d), 5. 12 (1H, m), 5. 52 (1H, t), 6. 79 (1H, d), 7. 06 (1H, d), 7. 16 (1H, t), 7. 46~7. 54 (2H, m), 8. 32 (1H, d), 9. 36 (1H, s)

【0445】参考例 209

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3, 4-ビス-(4-イソブチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：3, 4-ビス-(4-イソブチルベンジルオキシ)アニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

【0446】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.)

653 (M+D)\*, CD, OD添加

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 92 (12H, d), 1. 24 (3H, t), 1. 84~1. 95 (2H, m), 2. 31 (2H, q, quint), 2. 52 (2H, d), 2. 53 (2H, d), 2. 60 (2H, t), 4. 20 (2H, q), 4. 33 (2H, t), 5. 18 (2H, s), 5. 25 (2H, s), 7. 03 (1H, d), 7. 06 (1H, d), 7. 11 (1H, t), 7. 23 (2H,

d), 7. 25 (2H, d), 7. 44~7. 62 (6H, m), 7. 83 (1H, d), 8. 40 (1H, d), 9. 90 (1H, s)

【0447】参考例 210

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(2Z-フェニルエチニル)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：4-アミノ-cis-ステルベン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイル

10 ルクロライド

【0448】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 430 (M+1)\*

154 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 1. 20 (3H, t), 2. 28 (2H, quin t), 2. 56 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 27 (2H, t), 6. 58 (2H, s), 7. 02 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 19~7. 40 (7H, m), 7. 45~7. 53 (1H, m), 7. 56 (2H, d), 8. 30 (1H, d), 9. 87 (1H, s)

【0449】参考例 211

参考例187と同様にして、エチル 4-[2-[N-[4-(2E-フェニルエチニル)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：4-アミノ-trans-ステルベン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイル

30 ルクロライド

【0450】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 430 (M+1)\*, (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 1. 22 (3H, t), 2. 33 (2H, quin t), 2. 60 (2H, t), 4. 17 (2H, q), 4. 30 (2H, t), 7. 05 (1H, d), 7. 10 (2H, s), 7. 17 (1H, t), 7. 28 (1H, t), 7. 39 (2H, t), 7. 43~7. 56 (5H, m), 7. 73 (2H, d), 8. 32 (1H, d), 9. 95 (1H, s)

【0451】参考例 212

参考例187と同様にして、エチル 4-[2-[N-[4-(2Z-(4-イソブチル)フェニル)エチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート)を得た。

原料化合物：4-アミノ-4'-イソブチル-cis-ステルベン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルオキシベンゾイルクロライド

(42)

特開平5-163223

82

81

[0452] 理化学的性状  
質量分析値 ( $m/z$ ) : EI 485 ( $M^+$ ), 115  
(base peak)

核磁気共鳴スペクトル (500MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 22 (3H, t),  
1. 90~1. 94 (1H, m), 2. 29 (2H, quin),  
2. 43 (2H, d), 2. 56 (2H, t),  
4. 13 (2H, q), 4. 27 (2H, t),  
6. 51 (1H, d), 6. 54 (1H, d), 7. 0 10  
1 (2H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 13 (1H, t),  
7. 20 (2H, d), 7. 27 (2H, d),  
7. 45~7. 49 (1H, m), 7. 54 (2H, d),  
8. 27 (1H, dd), 9. 84 (1H, s)

[0453] 参考例 213

参考例187と同様にしてエチル 4-[2E-[N-[4-[2-(4-イソブチル)フェニル]エチニルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封合物: 4-[2E-(4-イソブチル)フェニル]エチニルアニリン, 2-(3-エトキシカルボニル)プロピルトリキシベンジルクロライド

[0454] 理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB 486 ( $M+1$ ), 115 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 92 (6H, d), 1. 26 (3H, t),  
1. 83~1. 95 (1H, m), 2. 36 (2H, quin),  
2. 51 (2H, d), 2. 64 (2H, t),  
4. 23 (2H, q), 4. 37 (2H, t),  
7. 15 (1H, d), 7. 18 (2H, s), 7. 2  
6 (2H, d), 7. 28 (1H, t), 7. 56 (2H, d),  
7. 50~7. 58 (1H, m), 7. 63  
(2H, d), 7. 82 (2H, d), 8. 43 (1H, dd),  
10. 06 (1H, s)

[0455] 参考例 214

2, 3-ジメチル-4-[1-(4-イソブチル)フェニル]ブチニルアニリン 1g, 2-(3-エトキシカルボニル)プロポキシルアミド40mg, トリエチルアミン410mg, 1-ヒドロキシベンジルトリアゾール680mg及びFN, N-ジメチルカルバモアミド40mLの溶液に, 1-エチル-3-(3-ジメチルアミノ)プロピルカーボンジミド塩酸塩780mgを加え, 50°Cに加熱して, 12時間搅拌した。反応液に水を加えて反応を止め, 酚酸エチルを加え, 水と絞り食塩水で洗浄後, 無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 壓圧濾過した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマグラフィーに付し, ヘキサン: 酚酸エチル (4: 1) の溶液で溶出し,

エチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 1. 68 gを得た。

[0456] 理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 0. 95 (3H, t),  
1. 21 (3H, t), 1. 35~1. 51 (2H,  
m), 1. 74~1. 91 (2H, m), 1. 96~  
2. 10 (1H, m), 2. 22 (2H, quin),  
2. 25 (3H, s), 2. 32 (3H, s),  
2. 46 (2H, d), 2. 52 (2H, t), 4. 1  
5 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 5. 14 (1H,  
d), 6. 66 (1H, d), 7. 09 (1H,  
d), 7. 16 (2H, d), 7. 17 (1H, t),  
7. 24 (2H, d), 7. 30 (1H, d), 7. 4  
8~7. 53 (1H, m), 8. 33 (1H, m),  
9. 31 (1H, s)

[0457] 参考例 215

参考例187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[4-イソブチル-N-メチルアニノ]メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封合物: 4-[4-(4-イソブチル-N-メチルアニノ)メチル]アニリン

[0458] 理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 502 ( $M^+$ )

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 20 (3H, t),  
1. 77 (1H, m), 2. 27 (2H, m), 2. 3  
5 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 2. 96 (3H,  
s), 4. 12 (2H, q), 4. 26 (2H,  
t), 4. 47 (2H, s), 6. 71 (2H, d),  
7. 01 (3H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 2  
4 (2H, d), 7. 47 (1H, dt), 7. 63  
(2H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 84 (1H,  
s)

[0459] 参考例 216

参考例187と同様にして エチル 4-[2-[N-[4-[N-エチル-4-イソブチルアニノ]メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封合物: 4-[4-(N-エチル-4-イソブチルアニノ)メチル]アニリン

[0460] 理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 516 ( $M+1$ )

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 1. 1~1. 3 (6H,  
m), 1. 76 (1H, m), 2. 27 (2H, t),

(43)

83

2. 33 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 2. 4  
 3 (2H, q), 4. 12 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 4. 46 (2H, s), 6. 65 (2H, d), 6. 97 (2H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 25 (2H, d), 7. 47 (1H, dt), 7. 62 (2H, d), 8. 28 (1H, dt), 9. 84 (1H, s)

【0461】参考例 217

参考例 187 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[(N-4-ジイソブチルアニリノ)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: 4-[4-(N, 4-ジイソブチルアニリノ)メチル]アニリン

【0462】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 544 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 95 (6H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 77 (1H, m), 2. 12 (1H, m), 2. 28 (2H, m), 2. 33 (2H, d), 2. 56 (2H, d), 3. 18 (2H, d), 4. 11 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 4. 55 (2H, s), 6. 60 (2H, d), 6. 93 (2H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 18 (2H, d), 7. 46 (1H, d), 7. 59 (2H, d), 8. 27 (1H, d), 9. 81 (1H, s)

【0463】参考例 218

参考例 187 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[(4-イソブチル-N-プロピルアニリノ)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: 4-[4-イソブチル-N-プロピルアニリノ)メチル]アニリン

【0464】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 530 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 0. 92 (3H, t), 1. 21 (3H, t), 1. 66 (1H, m), 1. 77 (1H, m), 2. 28 (2H, m), 2. 35 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 3. 32 (2H, t), 4. 12 (2H, q), 4. 26 (2H, t), 4. 50 (2H, s), 6. 61 (2H, d), 6. 95 (2H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 22 (2H, d), 7. 46 (1H, d), 7. 61 (2H, d), 8. 27 (1H, dd)

【0465】参考例 219

参考例 187 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[(4-イソブチル-N-メチルアニリノ)メチル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキ

特開平5-163223

84

シ] プチレートを得た。

原料化合物: 4-[4-イソブチル-N-メチルアニリノ)メチル]-2-メチルアニリン

【0466】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 516 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 21 (3H, t), 1. 80 (1H, m), 2. 22 (2H, m), 2. 31 (3H, s), 2. 37 (2H, d), 2. 49 (2H, t), 2. 96 (3H, s), 4. 10 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 4. 44 (2H, s), 6. 71 (2H, d), 7. 00 (2H, d), 7. 05 (1H, d), 7. 13 (3H, m), 7. 48 (1H, t), 7. 96 (1H, d), 8. 30 (1H, d), 9. 47 (1H, s)

【0467】参考例 220

参考例 187 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[3-[(4-イソブチル-N-メチルアニリノ)メチル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: 3-[4-イソブチル-N-メチルアニリノ)メチル]-2-メチルアニリン

【0468】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 516 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 79 (1H, m), 2. 24 (2H, m), 2. 27 (3H, s), 3. 37 (2H, d), 2. 52 (2H, t), 2. 98 (3H, s), 4. 11 (2H, d), 4. 31 (2H, t), 4. 46 (2H, s), 6. 65 (2H, d), 7. 00 (2H, d), 7. 06 (1H, m), 7. 1~7. 3 (3H, m), 7. 49 (1H, dd), 7. 72 (1H, d), 8. 31 (1H, dd), 9. 51 (1H, s)

【0469】参考例 221

参考例 187 と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-[(4-イソブチル-N-メチルアニリノ)エチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ] プチレートを得た。

原料化合物: N-(4-アミノフェネチル)-4-イソブチル-N-メチルアニリン

【0470】理化学的性状

質量分析値 (m/z): 516 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 24 (3H, t), 1. 81 (1H, m), 2. 31 (2H, m), 2. 38 (2H, d), 2. 58 (2H, m), 2. 83 (2H, t), 2. 89 (3H, s), 3. 53 (2H, t), 4. 15 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 6. 68 (2H, d), 7. 02 (3H, m), 7. 1

(44)

符號平5-163223

85

86

4 (1H, t), 7. 29 (2H, d), 7. 47 (1H, d), 7. 61 (2H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 82 (1H, s)  
【0471】参考例 222

参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルフェニル)-N-メチルカルバモイル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原削合物：4-アミノ-N-(4-イソブチルフェニル)-N-メチル-3-メチルベンズアミド

【0472】理化学的性状

質量分析録(m/z) : 531 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) δ: 0. 85 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 80 (1H, m), 2. 1~2. 3 (2H, m), 2. 20 (3H, s), 2. 41 (2H, d), 2. 46 (2H, t), 2. 46 (3H, s), 4. 11 (2H, q), 4. 31 (2H, t), 6. 9~7. 2 (8H, m), 7. 47 (1H, d), 8. 05 (1H, d), 8. 25 (1H, dd), 9. 55 (1H, s)

【0473】参考例 223

参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンズアミド)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原削合物：N-(4-アミノフェニル)-4-イソブチルベンズアミド

【0474】理化学的性状

質量分析録(m/z) : 502 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) δ: 0. 91 (6H, d), 1. 25 (3H, t), 1. 90 (1H, m), 2. 31 (2H, m), 2. 54 (2H, d), 2. 58 (2H, t), 4. 15 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 7. 01 (1H, d), 7. 12 (1H, t), 7. 24 (2H, d), 7. 47 (1H, dt), 7. 6~7. 7 (4H, m), 7. 79 (2H, d), 7. 95 (1H, s), 8. 26 (1H, dd), 9. 87 (1H, s)

【0475】参考例 224

参考例 187と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原削合物：4-[N-(4-インベンジル)-N-メチルアミノ]アニリン

【0476】理化学的性状

質量分析録(m/z) : 502 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) δ: 0. 89 (6H, d), 1. 23 (3H, t), 1. 84 (1H, m), 2. 28 (2H, m), 2. 44 (2H, d), 2. 56 (2H, m), 3. 00 (3H, s)

10

H, s), 4. 12 (2H, q), 4. 25 (2H, t), 4. 49 (2H, s), 6. 77 (2H, m), 6. 99 (1H, d), 7. 0~7. 2 (5H, m), 7. 44 (1H, dt), 7. 52 (2H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 66 (1H, s)  
【0477】参考例 225

参考例 187と同様にして4-ブチル-N-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセチル]グリシンナトリウムを得た。

原削合物：2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ

【0478】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) δ: 0. 89 (6H, d), 1. 44 (9H, s), 1. 87 (1H, m), 2. 49 (2H, d), 4. 01 (2H, d), 4. 76 (2H, s), 5. 04 (2H, s), 6. 9~7. 1 (4H, m), 7. 1~7. 4 (5H, m), 7. 49 (1H, dt), 7. 70 (2H, d), 8. 10 (1H, d), 9. 27 (1H, s)

【0479】参考例 226

参考例 187と同様にしてベンジル 4-[2-[N-[2-3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチロヒドロキサメートを得た。

原削合物：4-[2-[N-[2-3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタジエン

【0480】理化学的性状

質量分析録(m/z) : 637 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) δ: 0. 88 (6H, d), 0. 94 (3H, t), 1. 39~1. 57 (2H, m), 1. 74~1. 86 (2H, m), 2. 01 (1H, m), 2. 15~2. 19 (7H, m), 2. 28 (3H, s), 2. 42 (2H, d), 4. 18 (2H, m), 4. 70 (2H, m), 5. 05 (1H, dd), 6. 55 (1H, d), 6. 97 (1H, d), 7. 08 (3H, m), 7. 21~7. 29 (8H, m), 7. 44 (1H, t), 8. 04 (1H, m), 8. 60 (1H, m)

【0481】参考例 227

アルゴン気流下、エチル 4-[2-[N-(4-アミノ-2-メチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート370mgと4-イソブチルベンズアルデヒドのジクロロエタン7mlの溶液に、水素化リテクトキシウム330mgと酢酸60mgを順次加え、蒸発で時間複数回。反応液に水を加え減圧濃縮し、得られた残渣を酢酸エチルで抽出した。抽出液を酢酸和食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減

(45) 特許平5-163223

87

圧縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル（3：1）の便液で溶出し、エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジル)アミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 51.0 mgを得た。

## 【0482】理化学的性状

質量分析値（m/z）：502 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$  : 0. 00 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 85 (1H, m), 2. 21 (2H, m), 2. 25 (3H, s), 2. 45~2. 51 (4H, m), 4. 11 (2H, q), 4. 27 (4H, m), 6. 55 (2H, m), 7. 02 (1H, d), 7. 09~7. 13 (3H, m), 7. 26~7. 29 (2H, m), 7. 45 (1H, dt), 7. 63 (1H, d), 8. 28 (1H, dd), 8. 25 (1H, s)

## 【0483】参考例 228

参考例123と同様にしてエチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジル)アミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## 【0484】理化学的性状

質量分析値（m/z）：516 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$  : 0. 09 (6H, d), 1. 22 (3H, t), 1. 84 (1H, m), 2. 22 (2H, m), 2. 28 (3H, s), 2. 44~2. 51 (4H, m), 2. 99 (3H, s), 4. 11 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 4. 49 (2H, s), 6. 66 (2H, m), 7. 03 (1H, d), 7. 08~7. 16 (5H, m), 7. 46 (1H, t), 7. 68 (1H, m), 8. 29 (1H, dd), 9. 28 (1H, s)

## 【0485】参考例 229

参考例87と同様にして 4-(4-イソブチルフェノキシ)ニトロベンゼンを得た。

原料化合物：4-イソブチルフェノール、4-フルオロニトロベンゼン

## 【0486】理化学的性状

質量分析値（m/z）：258 (M+1)<sup>\*</sup>核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$  : 1. 27 (6H, d), 2. 95 (1H, m), 6. 9~7. 4 (6H, m), 8. 1~8. 3 (2H, m)

## 【0487】参考例 230

実験例87と同様にして 4-(4-ブチルフェノキ

シ)ニトロベンゼンを得た。

原料化合物：4-ブチルフェノール、4-フルオロニトロベンゼン

## 【0488】理化学的性状

質量分析値（m/z）：271 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$  : 0. 95 (3H, m), 1. 1~1. 8 (4H, m), 2. 64 (2H, t), 6. 8~7. 3 (6H, m), 8. 0~8. 3 (2H, m)

## 【0489】参考例 231

参考例127と同様にして 4-(4-イソブチルフェノキシ)アニリンを得た。

原料化合物：4-(4-イソブチルフェノキシ)ニトロベンゼン

## 【0490】理化学的性状

質量分析値（m/z）：227 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

20  $\delta$  : 1. 22 (6H, d), 2. 87 (1H, m), 3. 37 (2H, m), 6. 6~7. 3 (8H, m)

## 【0491】参考例 232

参考例127と同様にして 4-(4-ブチルフェノキシ)アニリンを得た。原料化合物：4-(4-ブチルフェノキシ)ニトロベンゼン

## 【0492】理化学的性状

質量分析値（m/z）：241 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

20  $\delta$  : 0. 92 (3H, m), 1. 1~1. 8 (4H, m), 2. 56 (2H, t), 3. 0~3. 6 (2H, m), 6. 5~7. 2 (8H, m)

## 【0493】参考例 233

参考例214と同様にして エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：4-(4-イソブチルフェノキシ)アニリン

## 【0494】理化学的性状

質量分析値（m/z）：461 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

20  $\delta$  : 1. 2~1. 3 (9H, m), 2. 30 (2H, m), 2. 57 (2H, t), 2. 90 (1H, m), 4. 13 (2H, q), 4. 28 (2H, t), 6. 9 (2H, dd), 7. 01 (3H, m), 7. 13 (1H, t), 7. 18 (2H, d), 7. 47 (1H, dt), 7. 64 (2H, d), 8. 28 (1H, dd), 9. 80 (1H, s)

## 50 【0495】参考例 234

(46)

特開平5-1633223

89

参考例214と同様にして エチル 4-[2-[N-[4-(4-ブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：4-(4-ブチルフェノキシ)アニリン  
【0496】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 475 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0.93 (3H, t), 1.23 (3H, t),

1.36 (2H, m), 1.60 (2H, m), 2.30 (2H, m), 2.58 (4H, m), 4.13 (2H, q), 4.27 (2H, t), 6.91 (2H, m), 7.01 (3H, m), 7.14 (3H, m), 7.47 (1H, dt), 7.64 (2H, m), 8.28 (1H, dd), 9.81 (1H, s)

【0497】実施例 1

\*エチル 4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル-o-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 1.75g のテトラヒドロフラン (8ml) とメタノール (8ml) の混合溶液中で 1 比重水酸化ナトリウム水溶液 (8ml) を加え、室温下で 1.5 時間搅拌した。反応液に 1 比重塩酸 (8.5ml) を加え、エーテルで抽出した。抽出液を熱と食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥後減圧濃縮した。残渣をヘキサン-エーテル混液で再結晶し、4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル-o-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸 1.36g を得た。

【0498】理化学的性状

融点 140~141°C メチレンクロライド-ヘキサンより再結晶

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>N, NO<sub>2</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.93	7.40	2.78
実験値	73.82	7.57	2.77

質量分析値 (m/z) : 504 (M+1)<sup>+</sup>

赤外吸収スペクトル (KBr) cm<sup>-1</sup>: 3600~2700 (br), 3400 (m), 2970 (s), 1716 (s), 1666 (s), 1604 (s), 1534 (s), 1258 (s), 1166 (s), 756 (s)

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)  
δ: 0.84 (6H, d), 1.55 (3H, d), 1.75~1.84 (1H, m), 2.00 (1H, q), 2.13 (3H, s), 2.20 (3H, s), 2.40 (2H, t), 2.41 (2H, d), 4.15 (2H, t), 5.42 (1H, q), 6.70 (1H, d), 7.02~7.08 (2H, m), \*

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>N, NO<sub>2</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	70.58	5.41	3.58
実験値	70.61	5.46	3.54

質量分析値 (m/z) : 392 (M+1)<sup>+</sup>

赤外吸収スペクトル (KBr) cm<sup>-1</sup>: 3335 (s), 3500~3000 (br), 1735 (s), 1650 (s), 1605 (s), 1560 (s), 1505 (s), 1490 (s), 1455 (s), 1410 (s), 1240 (s), 1175 (s), 745 (s)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)  
δ: 1.96~2.05 (2H, m), 2.42 (2H, t), 4.15 (2H, m), 6.99~7.20 (7H, m), 7.36~7.43 (2H, m), 7.★

\*エチル 4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル-o-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 1.75g のテトラヒドロフラン (8ml) とメタノール (8ml) の混合溶液中で 1 比重水酸化ナトリウム水溶液 (8ml) を加え、室温下で 1.5 時間搅拌した。反応液に 1 比重塩酸 (8.5ml) を加え、エーテルで抽出した。抽出液を熱と食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥後減圧濃縮した。残渣をヘキサン-エーテル混液で再結晶し、4-[o-[N-[2,3-ジメチル-4-(p-イソブチル-o-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸 1.36g を得た。

【0499】実施例 2

実施例1と同様にして 4-[o-[N-(p-フェノキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[o-[N-(p-フェノキシフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0500】理化学的性状

融点 129~131°C エタノール-水から再結晶

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>N, NO<sub>2</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	70.58	5.41	3.58
実験値	70.61	5.46	3.54

\*★7~7.53 (1H, m), 7.64~7.67 (1H, m), 7.76 (2H, d), 10.12 (1H, s), 12.12 (1H, br)

【0501】実施例 3

実施例1と同様にして 4-[o-[N-(p-ベンゾイルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[o-[N-(p-ベンゾイルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0502】理化学的性状

融点 152~153°C エタノールから再結晶

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>N, NO<sub>2</sub>として)

	(47)			特開平5-163223
91	C (%)	H (%)	N (%)	92
理論値	71.45	5.25	3.47	
実験値	71.45	5.28	3.42	
質量分析値 (m/z) : 404 (M+1)*				* 7.20 (1H, d), 7.49~7.81 (9H,
赤外線吸収スペクトル (KBr) cm <sup>-1</sup> : 3370				m), 7.94 (2H, d), 10.5 (1H, s),
(s), 3400~2900 (br), 3100				12.1 (1H, s)
(m), 2985 (m), 2910 (m), 2895				[0503] 実験例 4
(m), 1730 (s), 1670 (s), 1640				実験例1と同様にして4-[o-[N-(p-ペプチル フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得 た。
(s), 1595 (s), 1530 (s), 850				核紹気共鳴スペクトル (DMSO-d <sub>6</sub> , TMS内部標準 値)
(s), 755 (s), 700 (s)				$\delta$ : 2.00 (2H, quart), 2.41 (2H, t), 4.15 (2H, t), 7.09 (1H, t), 本
元素分析値 (C, H, N, Oとして)				
	C (%)	H (%)	N (%)	
理論値	72.52	7.56	3.52	
実験値	72.20	7.83	3.50	
質量分析値 (m/z) : 398 (M+1)*				* d), 7.44~7.51 (1H, m), 7.58
赤外線吸収スペクトル (KBr) cm <sup>-1</sup> : 3375				20 (2H, d), 8.28 (1H, dd), 9.73 (1 H, s)
(s), 2970 (s), 2840 (s), 2865				[0505] 実験例 5
(s), 1720 (s), 1650 (s), 1600				実験例1と同様にして4-[o-[N-(p-(3-メチ ル-3-フェニルブトキシ)フェニル)カルバモイル フェノキシ]ブタン酸を得た。
(s), 1520 (s), 1245 (s), 760				核紹気共鳴スペクトル (CDCl <sub>3</sub> , TMS内部標準 値)
(s)				$\delta$ : 0.88 (3H, t), 1.26~1.31 (8 H, m), 1.59 (2H, br), 2.31 (2 H, quart), 2.58 (2H, t), 2.84 (2H, t), 4.28 (2H, t), 7.02 (1 H, d), 7.15 (1H, t), 7.17 (2H, t)
元素分析値 (C, H, N, Oとして)				※ 30 融点 154~156°C エーテルより再結晶
	C (%)	H (%)	N (%)	
理論値	72.86	6.77	3.03	
実験値	72.89	6.85	2.96	
質量分析値 (m/z) : 461 (M <sup>+</sup> )*				Fロキシブチル)フェニル]カルバモイル]フェノキ シ]ブタン酸を得た。
赤外線吸収スペクトル (KBr) cm <sup>-1</sup> : 3380				核紹気共鳴スペクトル: エチル 4-[o-[N-[p-(4-ヒ ドロキシブチル)フェニル]カルバモイル]フェノキ シ]ブチレート
(s), 3600~3600 (br), 2950				[0506] 球化学的性状
(s), 2900 (s), 1740 (s), 1655				質量分析値 (m/z) : 372 (M+1)*
(s), 1605 (s), 1550 (s), 1515				赤外線吸収スペクトル (KBr) cm <sup>-1</sup> : 3600~3 300 (br), 3385 (s), 2950 (s), 1 730 (s), 1665 (s), 1605 (s), 15 40 (s), 1520 (s), 1455 (s), 141 5 (s), 1325 (s), 1230 (s), 755 (s)
(s), 1250 (s), 1175 (s), 1160				核紹気共鳴スペクトル (CDCl <sub>3</sub> , TMS内部標準 値)
(s), 760 (s)				$\delta$ : 1.54~1.71 (4H, m), 2.00~2. 50 (1H, br), 2.29 (2H, quart),
核紹気共鳴スペクトル (DMSO-d <sub>6</sub> , TMS内部標準 値)				
$\delta$ : 1.36 (6H, s), 2.00 (2H, quart),				
2.09 (2H, t), 2.40 (2H, t),				
3.75 (2H, t), 4.13 (2H, t), 6.7				
6 (2H, d), 7.05 (1H, t), 7.15 (1				
H, d), 7.19 (1H, t)				
[0507] 実験例 6				
実験例1と同様にして4-[o-[N-[p-(4-ヒ ドロキシブチル)フェニル]カルバモイル]フェノキ シ]ブチレート				

(48)

特開平5-163223

94

2. 56~2. 66 (4H, m), 3. 65 (2H, t), 4. 28 (2H, t), 7. 02 (1H, d), 7. 12~7. 20 (3H, m), 7. 44~7. 51 (1H, m), 7. 59 (2H, d), 8. 25 (1H, dd), 9. 68 (1H, s)  
【0509】実施例 7

実施例1と同様にして4-[o- [N-[4-(3-メチルブロキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[o- [N-[4-(3-メチルブロキシ)-2-メチル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート  
【0510】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 400 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 96 (6H, d), 1. 66 (2H, q), 本

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>NO<sub>3</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	68. 55	7. 06	3. 63
実験値	68. 45	7. 18	3. 57

質量分析値 (m/z) : 386 (M+1)\*

赤外線吸収スペクトル (KBr) cm<sup>-1</sup>: 3410 (s), 2980 (s), 1715 (s), 1660 (s), 1615 (s), 1600 (s), 1530 (s), 1035 (s), 1005 (s), 760 (s)

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 98 (6H, s), 1. 94~2. 08 (3H, m), 2. 26 (3H, s), 2. 42 (2H, t), 3. 74 (2H, d), 4. 21 (3H, t), 6. 78 (1H, dd), 6. 86 (1H, d), 7. 09 (1H, t), 7. 21 (1H, d), 7. 49 \*

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>NO<sub>3</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	68. 55	7. 06	3. 63
実験値	68. 30	7. 08	3. 78

質量分析値 (m/z) : 386 (M+1)\*

赤外線吸収スペクトル (KBr) cm<sup>-1</sup>: 3385 (s), 2970 (s), 1705 (s), 1655 (s), 1535 (s), 1515 (s), 1245 (s), 825 (s), 750 (s)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 96 (6H, d), 1. 55~1. 92 (3H, m), 2. 22~2. 42 (2H, m), 2. 55~2. 70 (2H, m), 3. 97 (2H, t), 4. 27 (2H, t), 6. 88 (2H, d), 6. 97~7. 21 (2H, m), 7. 37~7. 54 (1H, m), 7. 59 (2H, d), 8. 25 (1H, d), 9. 65 (1H, s)

\* 1. 73~1. 90 (1H, m), 2. 22 (2H, q), 2. 30 (3H, s), 2. 55 (2H, t), 3. 98 (2H, t), 4. 30 (2H, t), 6. 76~6. 80 (2H, m), 7. 05 (1H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 45~7. 52 (1H, m), 7. 75 (1H, d), 8. 28 (1H, d), 9. 29 (1H, s)

【0511】実施例 8

実施例1と同様にして4-[o- [N-[4-(イソブロキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[o- [N-[4-(イソブロキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0512】理化学的性状

融点 106~108°C エーテルから再結晶

\*

理論値 H (%) N (%)  
68. 55 7. 06 3. 63  
実験値 68. 45 7. 18 3. 57

\* (1H, d), 7. 48~7. 54 (1H, m), 7. 79 (1H, dd), 9. 52 (1H, s), 12. 16 (1H, s)

【0513】実施例 9

実施例1と同様にして4-[o- [N-[p-(3-メチルブロキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[o- [N-[p-(3-メチルブロキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0514】理化学的性状

融点 113~116°C ヘキサン-メチレンクロライドより再結晶

\*

理論値 H (%) N (%)  
68. 55 7. 06 3. 63  
実験値 68. 30 7. 08 3. 78

【0515】実施例 10

エチル 4-[o- [N-[p-(p-イソブロキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メチルフェノキシ]ブチレート 100mg のエタノール 1. 2ml 溶液に、ジオキサン 0. 4ml と 5% 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 1. 6ml を加え 50°C にまで昇温して 2 分間攪拌した。反応液を減圧濃縮し、10% 過酸化水素を pH 6 以下に調整した後、酢酸エチルで抽出した。抽出液を酢酸エチルで洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた純品性質を水性エタノールから再結晶することにより、4-[o- [N-[p-(p-イソブロキシ)フェニル]カルバモイル]-4-メチルフェノキシ]ブタン酸 70mg を

(49) 特許平5-163223

95

得た。

## 【0516】理化学的性状

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N, NO<sub>2</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.24	6.99	2.95
実験値	73.18	6.98	2.83

質量分析値 (m/z) : 476 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.99 (2H, m), 1.28 (3H, s), 2.4~2.5 (4H, m), 4.10 (2H, t), 5.0 (2H, s), 6.99 (2H, d), 7.06 (1H, d), 7.18 (2H, d), 7.29 (1H, d), 7.37 (2H, d), 7.50 (1H, s), 7.63 (2H, d), 9.94 (1H, s), 12.※

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N, NO<sub>2</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.44	7.34	2.81

質量分析値 (m/z) : 488 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.87 (6H, d), 1.16 (6H, s), 1.83 (1H, m), 2.03 (2H, t), 2.46 (2H, d), 4.17 (2H, t), 5.05 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.07 (2H, t), 7.19 (3H, m), 7.37 (2H, d), 7.48 (1H, t), 7.6~7.7 (3H, m), 9.95 (1H, s)

## 【0519】実験例 12

実験例 10と同様にして4-[o-(N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]ブリート

## 【0520】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 476 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.89 (6H, d), 1.84 (1H, m), 2.1~2.6 (6H, m), 3.17, 3.46 (合わせて3H, 各s), 3.92, 4.30 (合わせて2H, 各t), 4.90, 5.0~5.2 (合わせて2H, 各s), 6.6~6.8 (3H, m), 6.9~8.2 (10H, m)

## 【0521】実験例 13

実験例 10と同様にして[o-(N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]酢酸を得た。

\*融点 121~122°C  
96

## 【0517】実験例 11

実験例 10と同様にして4-[o-(N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブタン酸を得た。

原料化合物: エチル 4-[o-N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]-2,2-ジメチルブリート

## 【0518】理化学的性状

融点 152~153°C

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N, NO<sub>2</sub>として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.44	7.34	2.81

质量分析値 (m/z) : 434 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.90 (6H, d), 1.95 (1H, m), 2.47 (2H, d), 4.79 (2H, s), 4.9 (2H, s), 6.9~7.0 (3H, m), 7.1~7.2 (3H, m), 7.32 (2H, d), 7.47 (1H, t), 7.75 (2H, d), 8.26 (1H, d), 10.1 (1H, s)

## 【0523】実験例 14

実験例 10と同様にして[o-(N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]酢酸を得た。

原料化合物: エチル [o-(N-[p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]-N-メチルカルバモイル]フェノキシ]ブリート

## 【0524】理化学的性状

融点 214~215°C

質量分析値 (m/z) : 434 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 2.45 (2H, d), 4.78 (2H, s), 5.06 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.3~7.5 (4H, m), 7.59~7.67 (2H, d), 10.09

		符例平5-163223
97		98
(1H, s)		* 原料化合物：エチル 4-[m-[N-(p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート
【0525】実施例 15		【0526】理化学的性状
壳缩例10と同様にして4-[m-[N-(p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタジ酸を得た。	*	融点 169~170°C
元素分析値 (C <sub>24</sub> H <sub>30</sub> NO <sub>2</sub> ·0.2H <sub>2</sub> Oとして)		
C (%)	H (%)	N (%)
理論値 72.30	6.80	3.01
実験値 72.22	6.74	3.03
質量分析値 (m/z) : 462 (M+)	10%	【0527】実施例 16
核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d <sub>6</sub> , TMS内部標準)		壳缩例10と同様にして4-[4-クロロ-2-[N-(p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタジ酸を得た。
δ: 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.97 (2H, m), 1.4~1.5 (4H, m), 4.07 (2H, t), 5.05 (2H, s), 7.01 (2H, d), 7.1~7.2 (3H, m), 7.3~7.6 (5H, m), 7.68 (2H, d), 12.2 (1H, s)	*	原料化合物：エチル 4-[4-クロロ-2-[N-(p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブチレート
元素分析値 (C <sub>24</sub> H <sub>30</sub> NO <sub>2</sub> ·C <sub>1</sub> として)		【0528】理化学的性状
C (%)	H (%)	N (%)
理論値 67.80	6.10	2.82
実験値 68.05	6.21	2.67
質量分析値 (m/z) : 496 (M <sup>+</sup> )	★	融点 140~142°C
核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d <sub>6</sub> , TMS内部標準)		★ 【0529】実施例 17
δ: 0.87 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.98 (2H, m), 2.39 (2H, t), 2.45 (2H, d), 4.13 (2H, t), 5.05 (2H, s), 7.00 (2H, d), 7.1~7.3 (3H, m), 7.37 (2H, d), 7.53 (1H, d), 7.6 (3H, m), 10.02 (1H, s), 12.12 (1H, s)		壳缩例10と同様にして4-[2-[N-(p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]-4-メトキシフェノキシ]ブタジ酸を得た。
元素分析値 (C <sub>24</sub> H <sub>30</sub> NO <sub>2</sub> ·0.2H <sub>2</sub> Oとして)		原料化合物：エチル 4-[2-[N-(p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]4-メトキシフェノキシ]ブチレート
C (%)	H (%)	N (%)
理論値 70.34	6.80	2.83
実験値 70.42	6.82	2.66
質量分析値 (m/z) : 492 (M+)	★	【0530】理化学的性状
核磁気共鳴スペクトル (D <sub>2</sub> O, TMS内部標準)		融点 103~105°C
δ: 0.86 (6H, d), 1.83 (1H, m), 1.99 (2H, m), 2.40 (2H, t), 2.45 (2H, d), 3.75 (3H, s), 4.08 (2H, t), 5.04 (2H, s), 6.98 (2H, d), 7.05 (1H, dd), 7.10 (1H, d), 7.17 (2H, d), 7.24 (1H, d), 7.35 (2H, d), 7.63 (2H, dd), 10.00 (1H, s), 12.13 (1H, m)	*	★ 【0531】実施例 18
元素分析値 (C <sub>24</sub> H <sub>30</sub> NO <sub>2</sub> Fとして)		壳缩例10と同様にして4-[4-フルオロ-2-[N-(p-(p-イソブチルベンジルオキシ)フェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタジ酸を得た。
C (%)	H (%)	N (%)
理論値 70.13	6.31	2.92
実験値 69.73	6.40	2.94

(51) 符號平5-163223

100

質量分析値 ( $m/z$ ) : 480 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 83 (1H, m),  
1. 98 (2H, m), 2. 40 (2H, t), 2. 4  
6 (2H, d), 4. 12 (2H, t), 5. 06 (2  
H, s), 7. 01 (2H, d), 7. 1~7. 2 (3  
H, m), 7. 3~7. 4 (3H, m), 7. 46 (1  
H, dd), 7. 63 (2H, d), 10. 0 (1H,  
s), 12. 1 (1H, m)

[0533] 実験例 19

4-ヒドロキシ-4'-( $p$ -イソプチルベンジルオキシ)-5-アヘンアニドを原料として参考例3に従いエチル 4-[ $p$ -[N-[ $p$ -[ $p$ -イソプチルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートとし次いで実験例1と同様にして 4-[ $p$ -[N-[ $p$ -[ $p$ -イソプチルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

[0534] 理化学的性状

融点 228~230°C

質量分析値 ( $m/z$ ) : 462 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)

C (%)	H (%)	N (%)
72. 86	6. 77	3. 03
実験値	72. 62	6. 86

[0537] 実験例 21

エチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソプチル- $\alpha$ -ブロビルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 2. 95 g, ジオキサン 12mLとエタノール 35mLの混合溶液に、5 標定水酸化ナトリウム水溶液 4. 4mLを加え、40°Cで加温して 1. 5 時間搅拌した。反応液を減圧濃縮し、得られた残渣を 10% 過酸化水素 H<5% に調製し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和塩水で洗浄後し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を飽和塩水で洗浄後

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)

C%	H%	N%
74. 55	7. 77	2. 63
実験値	74. 58	7. 91

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (Pos.) 532 (M+1)  
核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 83 (6H, d), 0. 89 (3H, t),  
2. 39 (2H, t), 1. 30~1. 49 (2H,  
m), 1. 71~1. 86 (2H, m), 1. 89~  
1. 98 (1H, m), 2. 02 (2H, Quin  
t), 2. 13 (3H, s), 2. 21 (3H, s),  
2. 39 (2H, t), 2. 40 (2H, d), 4. 1

水準)

δ: 0. 87 (6H, d), 1. 83 (1H, m),  
1. 97 (2H, m), 2. 4~2. 5 (4H, m),  
4. 08 (2H, t), 5. 05 (2H, s), 7. 0  
0 (2H, d), 7. 06 (2H, d), 7. 19 (2  
H, d), 7. 37 (2H, d), 7. 67 (2H,  
d), 7. 95 (2H, d), 9. 95 (1H, s),  
12. 15 (1H, s)

[0535] 実験例 20

エチル 4-[ $\alpha$ -[N-[ $p$ -[ $p$ -イソプチルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート 4. 30mgとメタノール 3mLとエトロヒドロフラン 1. 5mLの溶液に 2 標定水酸化ナトリウム水溶液 1. 5mLを加え、密閉下 1 時間搅拌した。反応液に 2 標定塩酸 3mLを加え懸濁となし、エーテルで抽出した。抽出液を水、飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し、減圧濃縮した。残渣をエタノール-水により再結晶し、4-[ $\alpha$ -[N-[ $p$ -[ $p$ -イソプチルベンジルオキシ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

[0536] 理化学的性状

融点 132~135°C

※後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、密閉下濃縮し、得られた結晶性残渣をジエチルエーテルとヘキサンの混液で 30 分結晶し、4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソプチル- $\alpha$ -ブロビルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸 1. 9gを得た。

[0538] 理化学的性状

融点 120~123°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)

C%	H%	N%
74. 55	7. 77	2. 63
実験値	74. 58	7. 91

5 (2H, t), 5. 25 (1H, t), 6. 62 (1H, d), 7. 02 (1H, d), 7. 03 (1H,  
t), 7. 11 (2H, d), 7. 16 (1H, d),  
7. 28 (2H, d), 7. 43~7. 48 (1H,  
m), 7. 68 (1H, dd), 9. 46 (1H,  
s), 12. 15 (1H, br)

[0539] 実験例 22

実験例21と同様にして 4-[2-[N-(4-イソプチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

(52)

特開平5-163223

101

原綴合物： エチル 4-[2-[N-(4-イソブチル)ベンジルオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ] プチレート  
 質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 476 \* [0540] 理化学的性状  
 MS 内部標準

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.24	6.99	2.95
実験値	73.07	6.97	2.94

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 476 \* [0540] 理化学的性状  
 (M+1),

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 78~1. 94 (1H, m), 2. 22 (2H, quint), 2. 29 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 4. 30 (2H, t), 5. 02 (3H, s), 6. 84~6. 98 (2H, m), 7. 05 (1H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 18 (2H, d), 7. 37 (2H, d), 7. 45~7. 52 (1H, d). \* [0541] 実験例 23

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.33	7.21	2.87

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 490 \* [0541]

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 86 (1H, m), 2. 22 (2H, quint), 2. 23 (3H, s), 2. 24 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 2. 55 (2H, t), 4. 29 (2H, t), 5. 0 30 (2H, s), 6. 84 (1H, d), 7. 04 (1H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 17 (2H, d), 7. 37 (2H, d), 7. 44~7. 52 (1H, m), 7. 49 (1H, d), 8. 28 (1H, d), 9. 27 (1H, s). \* [0542] 実験例 25

\* [0542] 実験例 24

実験例 21 と同様にして 4-[2-[N-(4-イソブチル)- $\alpha$ -メチル]ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブタン酸を得た。

原綴合物： エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル)- $\alpha$ -メチル]ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ] プチレート

\* [0543] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 476 \* [0543]

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 82 (6H, d), 1. 51 (3H, d), 1. 71~1. 90 (1H, m), 1. 97 (2H, quint), 2. 39 (2H, t), 2. 40 (2H,

102

\* [0540] 理化学的性状  
 融点 84~86°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.24	6.99	2.95
実験値	73.07	6.97	2.94

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 476 \* [0540] 理化学的性状  
 (M+1),

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 78~1. 94 (1H, m), 2. 22 (2H, quint), 2. 29 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 4. 30 (2H, t), 5. 0 2 (3H, s), 6. 84~6. 98 (2H, m), 7. 05 (1H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 18 (2H, d), 7. 37 (2H, d), 7. 45~7. 52 (1H, d). \* [0541] 実験例 23

実験例 21 と同様にして 4-[2-[N-(2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブタン酸を得た。

原綴合物： エチル 4-[2-[N-(2-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブチレート

\* [0542] 理化学的性状  
 融点 92~94°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.33	7.21	2.87

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 490 \* [0541]

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 86 (1H, m), 2. 22 (2H, quint), 2. 23 (3H, s), 2. 24 (3H, s), 2. 48 (2H, d), 2. 55 (2H, t), 4. 29 (2H, t), 5. 0 30 (2H, s), 6. 84 (1H, d), 7. 04 (1H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 17 (2H, d), 7. 37 (2H, d), 7. 44~7. 52 (1H, m), 7. 49 (1H, d), 8. 28 (1H, d), 9. 27 (1H, s). \* [0542] 実験例 25

\* [0542] 実験例 24

実験例 21 と同様にして 4-[2-[N-(4-イソブチル)- $\alpha$ -メチル]ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ] ブタン酸を得た。

原綴合物： エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル)- $\alpha$ -メチル]ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ] プチレート

\* [0543] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 476 \* [0543]

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 82 (6H, d), 1. 51 (3H, d), 1. 71~1. 90 (1H, m), 1. 97 (2H, quint), 2. 39 (2H, t), 2. 40 (2H,

\* [0540] 理化学的性状  
 融点 84~86°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.24	6.99	2.95
実験値	73.07	6.97	2.94

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 476 \* [0541]

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 82 (6H, d), 1. 51 (3H, d), 1. 71~1. 90 (1H, m), 1. 97 (2H, quint), 2. 39 (2H, t), 2. 40 (2H,

\* [0540] 理化学的性状  
 融点 84~86°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.33	7.21	2.87

\* [0541] 実験例 26

(53)

特開平5-163223

103

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## 【0548】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 490 (M+1)<sup>+</sup>, 161, (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (400MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 1. 61 (3H, d), 1. 77~1. 89 (1H, m), 2. 21 (H, quint), 2. 24 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 2. 53 (2H, t), 4. 27 (2H, t), 4. 56 (1H, q), 6. 72 (1H, dd), 6. 77 (1H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 10 (2H, d), 7. 11 (1H, t), 7. 27 (2H, d), 7. 46 (1H, t), 8. 24 (1H, d), 9. 19 (1H, s)

## 【0549】実施例 27

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## 【0550】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 504 (M+1)<sup>+</sup>, 175, (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (400MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 0. 98 (3H, t), 1. 81~1. 90 (2H, m), 1. 93~2. 02 (1H, m), 2. 20 (2H, quint), 2. 22 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 2. 53 (2H, t), 4. 27 (2H, t), 4. 96 (1H, d), 6. 70 (1H, dd), 6. 76 (1H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 09 (2H, d), 7. 10 (1H, t), 7. 24 (2H, d), 7. 43~7. 47 (1H, m), 8. 23 (1H, d), 9. 17 (1H, s)

## 【0551】実施例 28

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-(イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシ]-3-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-(イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシ]-3-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

104

## 【0552】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 490 (M<sup>+</sup>), 核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 89 (6H, d), 1. 61 (3H, d), 1. 84 (1H, m), 2. 27 (2H, m), 2. 31 (3H, s), 2. 45 (2H, d), 2. 62 (2H, t), 4. 26 (2H, t), 5. 47 (1H, q), 6. 70 (1H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 2~7. 4 (3H, m), 7. 43 (1H, s), 7. 47 (1H, d), 8. 26 (1H, dd), 9. 58 (1H, s)

## 【0553】実施例 29

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]

## 【0554】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 88 (3H, d), 1. 05 (3H, d), 1. 77~1. 91 (1H, m), 2. 04~2. 18 (1H, m), 2. 21~2. 23 (2H, m), 2. 44 (2H, d), 2. 60 (2H, t), 4. 26 (2H, t), 4. 77 (1H, d), 6. 85 (2H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 23 (2H, d), 7. 47 (2H, d), 7. 44~7. 52 (1H, m), 8. 25 (1H, dd), 9. 60 (1H, s)

## 【0555】実施例 30

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## 【0556】理化学的性状

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 86 (3H, d), 1. 04 (3H, d), 1. 76~1. 90 (1H, m), 2. 04~2. 14 (1H, m), 2. 19 (2H, quint), 2. 22 (3H, s), 2. 44 (2H, d), 2. 52 (2H, t), 4. 28 (2H, t), 4. 67 (1H, d), 4. 67 (1H, d), 6. 77 (1H, dd), 6. 77 (1H,

(54)

特開平5-163223

105

d), 7. 03 (1H, d), 7. 11 (2H, d), 7. 13 (1H, t), 7. 23 (2H, d), 7. 44~7. 51 (1H, m), 7. 63 (1H, d), 8. 26 (1H, dd), 9. 22 (1H, s) [0557] 実施例 31

実施例21と同様にして4-[2-[N-(3-クロロ-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(3-クロロ-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸

[0558] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 510 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 65 (3H, q), 6. 78 (1H, d), 1. 83 (1H, m), 2. 26 (2H, m), 2. 44 (2H, d), 2. 60 (2H, m) 元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>NO<sub>2</sub>)

元素分析値 (%) : C 74. 25

理論値 (%) : 74. 25

実験値 (%) : 74. 25

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 88 (6H, d), 0. 95 (3H, t), 1. 32~1. 58 (2H, m), 1. 69~1. 88 (2H, m), 1. 88~2. 02 (1H, m), 2. 18 (2H, quin), 2. 22 (3H, s), 2. 43 (2H, d), 2. 52 (2H, t), 4. 27 (2H, t), 5. 05 (1H, dd), 6. 71 (1H, dd), 6. 77 (1H, d), 7. 02 (1H, d), 7. 10 (2H, d), 7. 26 (2H, d), 7. 44~7. 50 (1H, m), 7. 64 (1H, d), 8. 26 (1H, dd) 9. 23 (1H, s) [0561] 実施例 33

実施例21と同様にして4-[2-[N-[5-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-[5-ブロモ-2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート [0562] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 584 \*

元素分析値 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>NO<sub>2</sub>)

元素分析値 (%) : C 73. 93

理論値 (%) : 73. 93

実験値 (%) : 73. 93

質量分析値 (m/z) : EI 504 (M+1)\*

106

\* H, t), 4. 25 (2H, t), 5. 29 (1H, q), 6. 78 (1H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 1~7. 4 (3H, m), 7. 00 (1H, d), 7. 1~7. 2 (3H, m), 7. 2~7. 4 (3H, s), 7. 2~7. 4 (3H, m), 7. 46 (1H, t), 7. 75 (1H, d), 8. 23 (1H, dd), 9. 67 (1H, s) [0559] 実施例 32

実施例21と同様にして4-[2-[N-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピル)ベンジルオキシ]-2-メチルフェニル]カルバモイル]ブチレート

[0560] 理化学的性状 融点 amorphous crystal

※ (M+1)

161 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 65 (3H, d), 1. 77~1. 92 (1H, m), 1. 93 (3H, s), 2. 09 (3H, s), 2. 22 (2H, quin), 2. 47 (2H, d), 2. 56 (2H, t), 4. 30 (2H, t), 5. 21 (1H, q), 7. 05 (1H, d), 7. 13 (2H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 36 (2H, d), 7. 46~7. 53 (1H, m), 7. 97 (1H, s), 8. 29 (1H, dd), [0563] 実施例 34

実施例21と同様にして4-[2-[N-[3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-[3, 5-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0564] 理化学的性状 融点 97~98°C hexane-Et<sub>2</sub>O

※ 核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-

## (55) 特開平5-163223

108

\* 実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベニジルオキシ]-2, 3-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン  
酸を得た。原料化合物：エチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベニジルオキシ]-2, 3-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタ  
レート  
【0566】理化学的性状  
融点 125~126°C from hexan  
10 e-Et<sub>2</sub>O

## 【0565】実験例 35

元素分析値 (C <sub>21</sub> H <sub>22</sub> NO <sub>2</sub> )	として)	
C (%)	H (%)	N (%)
理論値 74.83	7.94	2.57
実験値 74.94	7.86	2.52

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 546 (M+1)<sup>\*</sup>

核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-

d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 83 (6H, d), 0. 91 (3H, d), 0. 96 (3H, d), 1. 54~1. 60 (1H, m) 1. 73~1. 82 (2H, m), 1. 88~1. 94 (1H, m), 1. 99 (2H, quint), 2. 14 (3H, s), 2. 23 (3H, s), 2. 38 (2H, t), 2. 39 (2H, d), 4. 14 (2H, t), 5. 28 (1H, dd), 6. 64 (1H, d), 7. 01 (1H, d), 7. 03 (1H, t), 7. 10 (2H, d), 7. 13 (1H, d), 7. 29 (2H, d), 7. 45 (1H, t), 7. 67 (1H, d), 9. 45 (1H, s), 12. 14 (1H, br)

## 【0567】実験例 36

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベニジルオキシ)-3, 5-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-[2-メチル-4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチルベニジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブレート】

元素分析値 (C <sub>21</sub> H <sub>22</sub> NO <sub>2</sub> )	として)	
C (%)	H (%)	N (%)
理論値 73.93	7.40	2.78
実験値 73.89	7.39	2.72

質量分析値 (m/z) : 504 (M+1)<sup>\*</sup>

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 60 (3H, d), 1. 85 (1H, m), 2. 16 (3H, s), 2. 17~2. 22 (2H, m), 2. 27 (3H, s), 2. 45 (2H, d), 2. 52 (2H, t), 4. 26 (2H, t), 5. 25 (1H, q), 6. 56 (1H, s) 7. 01 (1H, d), 7. 09~7. 13 (3H, m), 7. 26~7. 29 (3H, m), 7. 42~7. 47 (1H, m), 7. 58 (1H, s), 8. 25 (1H, dd), 9. 17 (1H, s)

## 【0571】実験例 38

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベニジルオキシ)-2, 5-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブレート】

## 【0570】理化学的性状

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベニジルオキシ)-2, 5-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベニジルオキシ)-2, 5-ジメチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブレート】

(56) 特開平5-163223

110

ジメチルフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタン \* チルフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチレ  
ンを得た。

原綴合物：エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2,6-ジメチ  
ソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ]-2,6-ジメチ

元素分析値 ( $C_{21}H_{34}NO_2$  として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.93	7.40	2.78
実験値	73.69	7.48	2.72

質量分析値 ( $m/z$ ) : 504 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル ( $CDCl_3$ , TMS内部標準)  
 $\delta$ : 0.89 (6H, d), 1.60 (3H, d),  
1.85 (1H, m), 2.16~2.21 (8H, m), 2.45 (2H, d), 2.51 (2H, t),  
4.23 (2H, t), 5.26 (1H, q), 6.64 (1H, s), 7.01 (1H, d) 7.08~7.12 (3H, m), 7.26~7.29 (2H, m), 7.46 (1H, t), 8.21 (1H, d), 8.78 (1H, s).

※ 【0573】実施例 39

19 実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2,3,5-トリメチルフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタンをを得た。

原綴合物：エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)-2,3,5-トリメチルフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチレート  
レート】  
【0574】理化学的性状

元素分析値 ( $C_{21}H_{34}NO_2$  として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.73	7.62	2.69
実験値	73.70	7.65	2.71

★ 【0575】実施例 40

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2-エチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)フェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチリックアシドを得た。

原綴合物：エチル 4-[2-[N-[2-エチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)フェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチレート  
【0576】理化学的性状

融点 65~66°C

元素分析値 ( $C_{21}H_{34}NO_2$  として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74.08	7.22	2.74
実験値	73.79	7.48	2.71

★ s)

【0577】実施例 41

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピル)ベンジルオキシフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタンをを得た。

原綴合物：エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル- $\alpha$ -プロピル)ベンジルオキシフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチレート  
【0578】理化学的性状

融点 amorphous crystal

元素分析値 ( $C_{21}H_{34}NO_2$  として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.93	7.40	2.78
実験値	73.66	7.55	2.69

(57)

荷物平5-163223

111

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 93 (3H, t), 1. 32~1. 60 (2H, m), 1. 68~1. 88 (2H, m), 1. 91~2. 03 (1H, m), 2. 26 (2H, quint), 2. 43 (2H, d), 2. 60 (2H, t), 4. 25 (2H, t), 5. 05 (1H, dd) 6. 85 (2H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 10 (2H, o), 7. 12 (1H, t), 7. 26 (2H, d), 7. 42~7. 50 (1H, m), 7. 48 (2H, d), 8. 24 (1H, d)

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

C (%)

理論値 74. 55

実験値 74. 31

\*d), 9. 57 (1H, s)

[0579] 実施例 42

実施例 2 1 と同様にして 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ -4-ジイソブチル)ベニジオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。原封化合物: エチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベニジオキシ-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0580] 比化学的性状

融点 amorphous crystal

として)

H (%) N (%)

7. 77 2. 63

7. 91 2. 58

※d), 8. 26 (1H, dd) 9. 25 (1H, s)

[0581] 実施例 43

実施例 2 1 と同様にして 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベニジオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。原封化合物: エチル 4-[2-[N-[4-( $\alpha$ , 4-ジイソブチル)ベニジオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0582] 比化学的性状

融点 125~127°C (ヘキサン-CH<sub>2</sub>C

!s)

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

C (%)

理論値 74. 25

実験値 74. 33

として)

H (%) N (%)

7. 59 2. 71

7. 44 2. 70

★H, d), 8. 24 (1H, dd), 9. 58 (1H, s)

[0583] 実施例 44

実施例 2 1 と同様にして 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベニジオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。原封化合物: エチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-( $\alpha$ -エチル-4-イソブチル)ベニジオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0584] 比化学的性状

融点 127~130°C (Et<sub>2</sub>O)

d), 7. 43~7. 49 (1H, m), 7. 47 (2★)

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

C (%)

理論値 74. 25

実験値 74. 08

H (%) N (%)

7. 59 2. 71

7. 68 2. 71

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 518 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 94 (3H, t), 0. 98 (3H, d), 1. 50~1. 61 (1H, m), 1. 75~1. 86 (2H, m), 1. 86~2. 02 (1H, m), 2. 26 (2H, quint), 2. 43 (2H, d), 2. 60 (2H, t), 4. 25 (2H, d), 5. 12 (1H, dd), 6. 85 (2H, d), 7. 00 (1H, d), 7. 10 (2H, d), 7. 11 (1H, t), 7. 26 (2H, d), 7. 43~7. 49 (1H, m), 7. 47 (2★)

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

C (%)

理論値 74. 25

実験値 74. 08

H (%) N (%)

7. 59 2. 71

7. 68 2. 71

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準) $\delta$ : 0. 84 (6H, d), 0. 94 (3H, t), 1. 76~1. 96 (3H, m), 2. 00 (2H, d)

(58)

符開平5-163223

113

uint), 2. 13 (3H, s), 2. 23 (3H, s) 2. 40 (2H, t), 2. 41 (2H, d), 4. 17 (2H, t), 5. 21 (1H, t), 6. 6 4 (1H, d), 7. 05 (1H, t), 7. 06 (1H, t), 7. 14 (2H, d), 7. 19 (1H, d), 7. 30 (2H, d), 7. 45~7. 53 (1H, m), 7. 71 (1H, dd), 9. 49 (1H, s)

## 【0585】実施例 45

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2, 3-二甲基, O]

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	74. 55	7. 77	2. 63
実験値	74. 50	7. 80	2. 65

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 84 (6H, d), 0. 94 (3H, d), 1. 00 (3H, d), 1. 81 (1H, sept), 2. 00 (2H, quart), 2. 10 (1H, sept), 2. 14 (3H, s), 2. 26 (3H, s), 2. 40 (2H, t), 2. 42 (2H, d), 4. 17 (2H, t), 5. 04 (1H, d), 6. 59 (1H, d), 7. 03 (1H, d), 7. 05 (1H, t), 7. 14 (2H, d), 7. 18 (1H, d), 7. 27 (2H, d), 7. 45~7. 52 (1H, m), 7. 73 (1H, dd), 9. 49 (1H, s) \*

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	71. 88	7. 37	3. 10
実験値	71. 63	7. 37	3. 12

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 60 (3H, s), 1. 68 (3H, s), 1. 73 (3H, s), 2. 06~2. 16 (4H, m), 2. 31 (2H, quart), 2. 64 (2H, t), 4. 29 (2H, t), 4. 54 (2H, d), 5. 08~5. 15 (1H, m), 5. 48~5. 54 (1H, m), 6. 93 (2H, d), 7. 02 (1H, d), 7. 15 (1H, t), 7. 44~7. 52 (1H, m), 7. 59 (2H, d), 8. 27 ★40 【0590】理化学的性状

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72. 23	7. 58	3. 01
実験値	71. 94	7. 66	2. 88

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 466 (M+1)\*

329 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 61 (3H, s), 1. 68 (3H, s), 59 (2H, m), 7. 05 (1H, d), 7. 14 (1

114

\*ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原封化合物: エチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル- $\alpha$ -イソプロピル)ベンジルオキシフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0586】理化学的性状

融点 137~139°C (ヘキサン-Et

【0587】実施例 46  
実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(3, 7-

ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原封化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート  
【0588】理化学的性状

融点 85~88°C (Et<sub>2</sub>O-H<sub>2</sub>O)

★(1H, dd), 9. 64 (1H, s) ★41 【0589】実施例 47  
実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-(3, 7-

ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原封化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

★(1H, dd), 9. 64 (1H, s) ★42 【0590】理化学的性状

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として)  
C (%) H (%) N (%)

理論値	72. 23	7. 58	3. 01
実験値	71. 94	7. 66	2. 88
		1. 72 (3H, s), 1. 97~2. 16 (4H, m), 2. 24 (2H, quart), 2. 39 (3H, s), 2. 56 (3H, t), 4. 31 (2H, t), 4. 53 (2H, d), 5. 12 (1H, br t), 5. 51 (1H, br t), 6. 97~6. 83 (2H, m), 7. 05 (1H, d), 7. 14 (1	

(59)

特開平5-163223

115

H. t), 7. 45~7. 52 (1H, m), 7. 76  
~7. 80 (1H, m), 8. 29 (1H, dd),  
9. 28 (1H, s)

## 【0591】実施例 48

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[4-  
[2, 3-ジメチル-4-(3, 7-ジメチルオクト-  
2, 6-ジエノルオキシ) フェニル] カルバモイル] フ  
ェノキシ] ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-[2, 3-ジメ  
チル-4-(3, 7-ジメチルオクト-2, 6-ジエニ  
ルオキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチ  
レート

## 【0592】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (P.o.s.) 480  
(M+1)\*

343 (base peak)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, T  
MS内部標準)

$\delta$ : 1. 60 (3H, s), 1. 68 (3H, s), 本  
元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>4</sub>)

C (%) として)

	H (%)	N (%)
理論値	75. 09	2. 25
実験値	75. 04	2. 29

質量分析値 (m/z) : FAB 624 (M+1)\*

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-  
d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 85 (1H, d), 1. 74~1. 89 (2  
H, m), 1. 94~2. 04 (2H, m), 2. 38  
~2. 45 (6H, m), 4. 13 (2H, t), 5.  
03 (4H, s) 7. 00 (1H, d), 7. 04 (1  
H, t), 7. 11~7. 17 (5H, m), 7. 23  
~7. 27 (1H, m), 7. 33 (2H, m), 7.  
37 (2H, m), 7. 43~7. 50 (1H, m),  
7. 52 (1H, m), 7. 63 (1H, dd), 9.  
96 (1H, s), 12. 16 (1H, brs)

## 【0593】実施例 51

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2, 3-  
ジメチル-4-(4-ブロビル- $\alpha$ -メチルベンジル  
オキシ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチ  
ル酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[2, 3-ジメチ  
ル-4-(4-ブロビル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ)  
フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレート

## 【0594】理化学的性状

元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>4</sub>)

C (%) として)

	H (%)	N (%)
理論値	73. 24	6. 99
実験値	73. 44	6. 97

## 【0595】実施例 53

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2, 3-  
ジメチル-4-(4- $\alpha$ -ジメチルベンジルオキシ) フ

116

\* 1. 71 (3H, s), 1. 97~2. 14 (4H,  
m), 2. 16~2. 28 (2H, m), 2. 10 (3  
H, s) 2. 12 (3H, s), 2. 56 (2H,  
t), 4. 29 (2H, t), 4. 54 (2H, d),  
5. 12 (1H, m), 5. 52 (1H, t) 6. 78  
(1H, d), 7. 04 (1H, d), 7. 14 (1  
H, t), 7. 46~7. 52 (2H, m), 8. 29  
(1H, dd), 9. 22 (1H, s)

## 【0593】実施例 49

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[3, 4-  
ビス-(4-イソブチル) ベンジルオキシフェニル] カ  
ルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[3, 4-ビス-(  
4-イソブチル) ベンジルオキシフェニル] カルバモ  
イル] フェノキシ] ブチレート

## 【0594】理化学的性状

融点 149~151°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

質量分析値 (m/z) : 490 (M+1)\*  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 93 (3H, t), 1. 61~1. 65 (5  
H, m), 2. 21 (3H, s), 2. 18~2. 21  
(2H, m), 2. 27 (3H, s), 2. 55 (4  
H, d), 4. 25 (2H, t), 5. 25 (1H,  
t), 6. 62 (1H, d), 6. 01 (1H, d),  
7. 08~7. 14 (3H, m), 7. 25~7. 33  
(3H, m), 7. 45 (1H, quint), 8. 2  
3 (1H, dd), 9. 18 (1H, s)

## 【0597】実施例 52

実施例21と同様にして 4-[2-[N-[2, 3-  
ジメチル-4-(4-エチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキ  
シ) フェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を  
得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[2, 3-ジメチ  
ル-4-(4-エチル- $\alpha$ -メチルベンジルオキシ) フ  
ェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブチレート

## 【0598】理化学的性状

融点 127~8°C

\*

元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>4</sub>)  
C (%) として)

	H (%)	N (%)
理論値	73. 24	6. 99
実験値	73. 44	6. 97

ジメチル-4-(4- $\alpha$ -ジメチルベンジルオキシ) フ  
ェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。

(60) 特開平5-163223

117

原綴合物：エチル 4-[2-N-[2, 3-ジメチル-4-(4-ジメチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.86	6.77	3.03
実験値	73.11	6.95	3.03

[0601] 実験例 54

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタノ酸を得た。

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.52	6.93	2.84

[0603] 実験例 55

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[3-(4-イソプロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタノ酸を得た。

原綴合物：エチル 4-[2-N-[3-(4-イソプロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0604] 理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 462 (M+1)<sup>\*</sup>  
核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.90 (6H, d), 1.86 (1H, m),  
2.27 (2H, m), 2.46 (2H, d), 2.60 (2H, t), 4.24 (2H, t), 5.05 (2H, s), 6.74 (1H, dd), 6.98 (1H, d), 7.6~7.9 (5H, m), 7.34 (2H, d), 7.45 (1H, t), 7.62 (1H, t), 8.25 (1H, dd), 9.80 (1H, s)

[0605] 実験例 56

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[3-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタノ酸を得た。

原綴合物：エチル 4-[2-N-[3-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	73.60	7.21	2.86
実験値	73.56	7.35	2.77

質量分析値 (m/z) : 490 (M+1)<sup>\*</sup>

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.88 (6H, d), 1.63 (3H, d), 1.83 (1H, m), 2.22 (1H, m), 2.26 (3H, s), 2.43 (2H, d), 2.56 (2H,

[0606] 実験例 57

(60) 特開平5-163223

118

\* [0600] 理化学的性状  
融点 147~2°C

本

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) として)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	72.86	6.77	3.03
実験値	73.11	6.95	3.03

※ 純綴合物：エチル 4-[2-N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0602] 理化学的性状  
融点 192~3°C※ 質量分析値 (m/z) : 489 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.88 (6H, d), 1.62 (3H, d), 1.84 (1H, m), 2.24 (2H, m), 2.29 (3H, s), 2.43 (2H, d), 2.55 (2H, t), 4.30 (2H, t), 5.28 (1H, q), 6.58 (1H, d), 7.0~7.2 (5H, m), 7.26 (2H, d), 7.47 (1H, t), 7.55 (1H, d), 8.27 (1H, d), 9.45 (1H, s)

[0607] 実験例 57

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[3-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]シブタノ酸を得た。

原綴合物：エチル 4-[2-N-[3-(4-イソプロピル-α-メチルベンジルオキシ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0608] 理化学的性状

融点 120~121°C

[0609] 実験例 58

(61)

特開平5-163223

119

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(2-ジ-フェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート  
【0610】理化学的性状

原料化合物：エチル 4-[2-N-[4-(2ジ-フェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート  
融点 144~146°C (Et<sub>2</sub>O)

元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

C (%)	H (%)	N (%)
74.80	5.77	3.49
74.76	5.90	3.50

質量分析値 (m/z) : EI 401 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-

d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

δ: 1.99 (2H, quint), 2.39 (2H, t), 4.13 (2H, t), 6.59 (2H, s), 7.051 (1H, t) 7.14~7.31 (8H, m), 7.48 (1H, t) 7.60 (2H, d), 7.63 (1H, d), 10.12 (1H, s), 2.11 (1H, br)

【0611】実施例 59

元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>) として

C (%)	H (%)	N (%)
74.80	5.77	3.49
74.68	5.88	3.48

質量分析値 (m/z) : EI 401 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-

d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

δ: 2.00 (2H, quint), 2.41 (2H, t), 4.14 (2H, t), 7.07 (1H, t), 7.10~7.21 (3H, m), 7.26 (1H, d), 7.37 (2H, t), 7.46~7.50 (1H, m), 7.58 (4H, brd), 7.66 (1H, d), 7.74 (2H, d), 10.18 (1H, s), 2.11 (1H, br)

【0612】実施例 60

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(2-ジ-イソブチル)フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[4-(2ジ-イソブチル)フェニル]エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0613】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : FAB (P.o.s.) 458 (M+1) \*

121 (base peak)

元素分析値 (C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>NO<sub>2</sub>) として

C (%)	H (%)	N (%)
76.12	6.83	3.06
76.29	6.87	3.04

質量分析値 (m/z) : EI 457 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-

d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

120

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(2-ジ-フェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0614】理化学的性状

融点 144~146°C (Et<sub>2</sub>O)

※

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(2-エーテルフェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0615】理化学的性状

融点 188~190°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

※

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(2-エーテルフェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0616】理化学的性状

融点 188~190°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

※

★赤外線吸収スペクトル (KBr) cm<sup>-1</sup>: FAB (P.o.s.)

457 (M<sup>+</sup>)  
核磁気共鳴スペクトル (400MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

δ: 0.87 (6H, d), 1.78~1.85 (1H, m), 1.99 (2H, quint), 2.37~

30.24 (4H, m), 4.13 (2H, t), 6.53 (1H, d), 6.60 (1H, d), 7.04~

7.11 (3H, m), 7.15~7.20 (5H, m), 7.59~7.64 (3H, m) 10.12 (1H, s), 12.14 (1H, br)

【0617】実施例 61

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(2-エーテルフェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレートを得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[4-(2-エーテルフェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

【0618】理化学的性状

融点 163~166°C (エーテル)

※

★赤外線吸収スペクトル (KBr) cm<sup>-1</sup>: FAB (P.o.s.)

1.84 (1H, sept), 2.00 (2H, quint), 2.42 (2H, t), 2.45 (2H, d), 4.14 (2H,

(62)

特開平5-163223

121

1), 7. 06 (1H, t), 7. 14~7. 19 (5H, m), 7. 45~7. 52 (1H, m), 7. 49 (2H, d), 7. 55 (2H, d), 7. 65 (1H, dd), 7. 73 (2H, d), 10. 17 (1H, s), 12. 13 (1H, br) [0617] 実験例 62

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

\* 元素分析値 (C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · O · 3H<sub>2</sub>O として)

C (%)	N (%)
7.2. 57	5. 84
7.2. 28	5. 76

質量分析値 (m/z) : 474 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>), TMS内部標準

δ: 0. 85 (6H, d), 1. 75 (1H, m), 2. 11 (2H, m), 2. 33 (2H, d), 2. 40 (2H, m), 2. 90 (3H, s), 4. 11 (2H, t), 4. 39 (2H, s), 6. 67 (2H, d), 6. 90 (1H, d), 6. 98 (2H, d), 7. 05 (1H, t), 7. 20 (2H, d), 7. 3 20 7 (1H, t), 7. 58 (2H, d), 7. 58 (2H, d), 8. 17 (1H, dd), 9. 66 (1H, s)

[0619] 実験例 63

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-[

[(N-エチル-4-イソブチルアニリノメチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化物: エチル 4-[2-N-[4-[N-エチ

ル-4-イソブチルアニリノ]メチル]フェニル]カル

バモイル]フェノキシ]ブチレート

[0620] 理化学的性状

\* [(4-イソブチル-N-)メチルアニリノ]メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化物: エチル 4-[2-N-[4-[4-イソブチル-N-メチルアニリノ]メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート [0618] 理化学的性状

【0621】 実験例 64

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

[(N-エチル-4-イソブチルアニリノ)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化物: エチル 4-[2-N-[4-[N-エチ

ル-4-イソブチルアニリノ]メチル]フェニル]カルバモ

イル]フェノキシ]ブチレート

[0622] 理化学的性状

【0622】 実験例 64

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

[(N-エチル-4-イソブチルアニリノ)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化物: エチル 4-[2-N-[4-[N-エチ

ル-4-イソブチルアニリノ]メチル]フェニル]カルバモ

イル]フェノキシ]ブチレート

[0623] 理化学的性状

【0623】 実験例 65

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

\* 元素分析値 (C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · O · 7H<sub>2</sub>O として)

C (%)	N (%)
7.2. 62	5. 29
7.2. 44	5. 18

質量分析値 (m/z) : 516 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>), TMS内部標準

δ: 0. 85 (6H, d), 0. 91 (6H, d), 1. 73 (1H, m), 1. 9~2. 2 (3H, m), [0623] 実験例 65

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

\* 元素分析値 (C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · O · 7H<sub>2</sub>O として)

C (%)	N (%)
7.4. 08	5. 57
7.3. 69	5. 47

質量分析値 (m/z) : 502 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>), TMS内部標準

δ: 0. 88 (6H, d), 0. 90 (3H, t),

\* [(4-イソブチル-N-プロピルアニリノ)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化物: エチル 4-[2-N-[4-[[(4-イソブチル-N-プロピルアニリノ)メチル]フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

[0624] 理化学的性状

【0624】 実験例 66

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-

\* 元素分析値 (C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · O · 7H<sub>2</sub>O として)

C (%)	N (%)
7.6. 2	5. 57
7.6. 8	5. 47

1. 65 (2H, m), 1. 76 (1H, m), 2. 27 (2H, m), 2. 33 (2H, d), 2. 60 (2H, t), 3. 30 (2H, t), 4. 25 (2H,

5. 00 t), 4. 47 (2H, s), 6. 61 (2H, d),

(63)

特開平5-163223

123

6. 96 (2H, d), 6. 98 (1H, d), 7. 1  
1 (1H, t), 7. 21 (1H, t), 7. 21 (2  
H, d), 7. 44 (1H, dt), 7. 58 (2H,  
d), 8. 25 (1H, dd)  
【0625】実験例 66

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-  
[4-イソブチル-N-メチルアリノ] メチル]-  
元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) - 0. 5H<sub>2</sub>O として)

C (%)	N (%)
72. 41	7. 49 5. 63
実験値 72. 47	7. 29 5. 48

質量分析値 (m/z) : 488 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 88 (6H, d), 1. 79 (1H, m),  
2. 21 (2H, m), 2. 29 (3H, s), 2. 3  
6 (2H, d), 2. 53 (2H, t), 2. 94 (3  
H, s), 4. 29 (2H, t), 4. 42 (2H,  
s), 6. 70 (2H, d), 6. 99 (2H, d),  
7. 02 (1H, d), 7. 1~7. 2 (3H, m),  
7. 46 (1H, dt), 7. 93 (1H, d), 8.  
27 (1H, dd), 9. 44 (1H, s)

【0627】実験例 67

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-  
[2-(4-イソブチル-N-メチルアリノ) エチル] フ  
ェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。  
原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[  
[4-イソブチル-N-メチルアリノ] エチル] フェニル] カ  
ルバモイル] フェノキシ] プチレート

【0628】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 489 (M+1)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 89 (6H, d), 1. 81 (1H, m),  
2. 30 (2H, m), 2. 38 (2H, d), 2. 6  
3 (2H, m), 2. 81 (2H, m), 2. 87 (3  
H, s), 3. 51 (2H, t), 4. 27 (2H,  
t), 6. 69 (2H, d), 6. 9~7. 2 (6H,  
m), 7. 46 (1H, dt), 7. 59 (2H,  
d), 8. 26 (1H, dd), 9. 77 (1H, s) ※46

元素分析値 (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) - 0. 2H<sub>2</sub>O として)

C (%)	N (%)
71. 18	6. 85 5. 53
実験値 71. 15	6. 86 5. 51

質量分析値 (m/z) : 503 (M+1)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

δ: 0. 85 (6H, d), 1. 80 (1H, m),  
2. 17 (2H, m), 2. 19 (3H, s), 2. 4  
0 (2H, d), 2. 48 (2H, t), 3. 47 (3

124

\* 2-メチルフェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタ  
ン酸を得た。原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[  
[4-イソブチル-N-メチルアリノ] メチル] -2-メチル  
フェニル] カルバモイル] フェノキシ] プチレート

【0626】理化学的性状

※【0629】実験例 68

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[3-  
[4-イソブチル-N-メチルアリノ] メチルフェ  
ニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[  
[4-イソブチル-N-メチルアリノ] メチル] -2-メチル  
フェニル] カルバモイル] フェノキシ] プチレート

【0630】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 488 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

※【0627】実験例 67

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-  
[2-(4-イソブチル-N-メチルアリノ) エチル] フ  
ェニル] カルバモイル] フェノキシ] ブタン酸を得た。  
原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[  
[4-イソブチル-N-メチルアリノ] エチル] フェニル] カ  
ルバモイル] フェノキシ] プチレート

【0631】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 489 (M+1)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

※【0632】実験例 69

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-  
[4-イソブチルフェニル] -N-メチルカルバモ  
イル] 2-メチルフェニル] カルバモイル] フ  
ェノキシ] ブタン酸を得た。
原料化合物: エチル 4-[2-N-[4-[  
[4-イソブチルフェニル] -N-メチルカルバモイル] 2  
-メチルフェニル] カルバモイル] ブチレート

【0633】理化学的性状

融点: 139~140°C

※【0634】実験例 70

実験例21と同様にして 4-[2-[N-[4-  
[4-イソブチルベンズアミド] フェニル] カルバモ

(64)

特開平5-163223

125

イル】フェノキシ】ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[4-[<sup>(4-イソブチルベンズミド)フェニル】カルバモイル]フェノキシ】ブチレート</sup>

【0634】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 474 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 90 (6H, d), 1. 91 (1H, m),  
2. 09 (2H, m), 2. 46 (2H, t), 2. 5 10  
4 (2H, d), 4. 19 (2H, t), 7. 05 (1  
H, t), 7. 14 (1H, d), 7. 27 (2H, \*  
H<sub>2</sub>O, として)

元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·0. 2H<sub>2</sub>O として)

C (%) H (%) N (%)

理論値 72. 84 7. 25 5. 86

実験値 72. 93 7. 25 5. 70

質量分析値 (m/z) : 474 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 1. 83 (1H, m),  
2. 27 (2H, m), 2. 48 (2H, d), 2. 6  
1 (2H, t), 2. 97 (3H, s), 4. 24 (2  
H, t), 4. 47 (2H, s), 6. 74 (2H,  
m), 6. 78 (2H, m), 7. 0~7. 2 (5H,  
m), 7. 43 (1H, d), 6. 98 (1H,  
d), 7. 49 (2H, d), 8. 24 (1H, d) \*

元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·0. 2H<sub>2</sub>O として)

C (%) H (%) N (%)

理論値 72. 84 7. 25 5. 86

実験値 72. 77 7. 23 5. 80

質量分析値 (m/z) : 474 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 84 (1H, m),  
2. 15 (2H, m), 2. 21 (3H, s), 2. 4  
3~2. 48 (4H, m), 4. 21 (4H, m),  
6. 48 (2H, d), 6. 68 (1H, m), 6. 9  
8 (1H, d), 7. 05~7. 10 (3H, m),  
7. 23 (2H, d), 7. 41 (1H, t), 7. 5  
4 (1H, d), 8. 23 (1H, s), 8. 23 (1★40

元素分析値 (C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·0. 5H<sub>2</sub>O として)

C (%) H (%) N (%)

理論値 72. 41 7. 49 5. 63

実験値 72. 51 7. 46 5. 57

質量分析値 (m/z) : 489 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 89 (6H, d), 1. 84 (1H, m),  
2. 22 (2H, m), 2. 27 (3H, s), 2. 4  
4 (2H, d), 2. 55 (2H, t), 2. 98 (3

125

\* d), 7. 48 (1H, t), 7. 6~7. 8 (5H,  
m), 7. 89 (2H, d), 10. 04 (1H,  
s), 10. 19 (1H, s), 12. 08 (1H, s)  
【0635】実施例 71

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]フェニル]カルバモイル]フェノキシ】ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[4-[<sup>(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]</sup>]フェニル]カルバモイル】フェノキシ】ブチレート

【0636】理化学的性状

融点: 109~110°C

【0637】実施例 72

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-

-イソブチルベンジル)アミノ]-2-メチルフェニ

ル]カルバモイル]フェノキシ】ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-[N-[N-[4-(4-

-イソブチルベンジル)アミノ]-2-メチルフェニル]カルバモイル】フェノキシ】ブチレート

【0638】理化学的性状

【0639】実施例 73

実施例2 1と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-

-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]-2-メ

チルフェニル]カルバモイル]フェノキシ】ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-[4-[<sup>(4-イソブチルベンジル)-N-メチルアミノ]</sup>]-2-メチルフェニル]カルバモイル】フェノキシ】ブチレート

【0640】理化学的性状

【0641】実施例 74

(65)

特開平5-163223

127

実施例21と同様にして 4-[2-[N-(4-ベンズヒドロキシアミノ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物：エチル 4-[2-N-(4-ベンズヒドロキシアミノ)-2-メチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

元素分析値 (C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) : C (%) 6.23 H (%) 6.19 N (%) 5.58

理論値	C (%)	H (%)	N (%)
7.4.20	6.19	5.58	
実験値	7.4.08	6.23	5.35

\* [0643] 実施例 75

質量分析値 (m/z) : 494 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 2.1~2.3 (5H, m), 2.52 (2H, m), 4.24 (2H, t), 5.48 (1H, s), 6.42 (2H, m), 6.99 (1H, d), 7.09 (1H, t), 7.2~7.4 (10H, m), 7.43 (1H, t), 7.49 (1H, d), 8.22 (1H, d), 9.15 (1H, s) \*

元素分析値 (C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) : C (%) 6.23 H (%) 6.19 N (%) 5.58

理論値	C (%)	H (%)	N (%)
7.6.31	7.34	4.81	
実験値	7.6.29	7.26	4.73

\* [0645] 実施例 76

質量分析値 (m/z) : 578 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.93 (6H, t), 1.61 (4H, m), 2.18 (5H, m), 2.53 (6H, m), 4.25 (2H, t), 5.42 (1H, s), 6.40 (2H, m), 6.99 (1H, d), 7.08~7.12 (6H, m), 7.23 (4H, d), 7.43 (1H, t), 7.47 (1H, d), 8.22 (1H, d), 9.10 (1H, s) \*

元素分析値 (C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) : C (%) 6.23 H (%) 6.19 N (%) 5.58

理論値	C (%)	H (%)	N (%)
7.7.39	7.79	4.51	
実験値	7.7.25	7.79	4.47

\* [0646] 実施例 77

質量分析値 (m/z) : 620 (M<sup>+</sup>)

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0.89 (12H, d), 1.84 (2H, m), 2.1~2.3 (5H, m), 2.44 (4H, d), 2.54 (2H, t), 4.25 (2H, t), 4.58 (4H, s), 6.61 (2H, m), 6.98 (1H, d), 7.0~7.2 (9H, m), 7.43 (1H, t), 7.53 (1H, d), 8.23 (1H, d), 9.17 (1H, s) \*

[0647] 実施例 77

1-(4-イソブチルフェニル)ペタノール360mgと四塩化炭素10mlの溶液に、室温下三臭化リン0.73mlを滴下し、室温で一夜搅拌した。反応液を水及び飽和食塩水で洗浄し、クロロホルムで抽出した。

抽出液を飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥後、減圧下、溶媒を留去して粗製の1-(4-イソブチルフェニル)ペンチルプロマイド460mgを得た。このもののジメチルホルムアミド25ml

溶液に、蒸溜下、エチル 4-[2-[N-(4-ヒドロキシ-2,3-ジメチルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブレート500mg、炭酸カリウム360mg、及びテトラブチルアンモニウムプロマイド100mgを加え、100°Cで一夜搅拌した。反応液の溶媒を減圧下留去し、残留物を粗製エチルで抽出し、抽出液を水及び飽和食塩水で洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を減圧下留去し、残留物をシリカガルクロマトグラフィーに付し、ヘキサン：酢酸エチル(4:1)の便液で溶出し、粗製のエチル 4-[2-[N-(2,3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-ブチ

(66)

特開平5-163223

129

130

ルベンジルオキシ】フェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブチレート 5.4 mg を得た。このもののジオキサン 0.2 ml とエタノール 0.6 ml の混合溶液に、室温下 5 時間水酸化ナトリウム水溶液 0.8 ml を加え、室温で 20 分間搅拌した。反応液の濁液を減圧下留去し、残留物を水に溶解し、濁液酢酸 H = 1 にした後、酢酸エチルで抽出した。抽出液を饱和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧下溶媒を留去して 4 - [2 - [N - [2, 3 -ジメチル - 4 - 4 -イソブチルオキシ - β - ブチルベンジルオキシ】フェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタン酸 5.1 mg を得た。

【0648】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 546 (M+1)\*

核磁共振共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 87 ~ 0. 91 (9H, m), 1. 26 ~ 1. 47 (4H, m), 1. 78 ~ 1. 84 (2H, m), 1. 96 ~ 2. 01 (1H, m), 2. 15 ~ 2. 18 (2H, m), 2. 20 (3H, s), 2. 28 (3H, s), 2. 42 (2H, d), 2. 50 (2H, t), 4. 23 (2H, t), 5. 03 ~ 5. 06 (1H, m), 6. 55 (1H, d), 6. 99 (1H, d), 7. 07 ~ 7. 10 (3H, m), 7. 21 ~ 7. 26 (3H, m), 7. 41 ~ 7. 43 (1H, m), 8. 21 ~ 8. 23 (1H, m), 9. 20 (1H, s)

【0649】実験例 78

実験例 7 と同様にして 4 - [2 - [N - [2, 3 -ジメチル - 4 - 4 -イソブチル - α - イソアミルベンジルオキシ】フェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタン酸を得た。

元素分析値 (C, H, N, O) : FAB (Pos.) 455 (M+1)\*

質量分析値 (m/z) : FAB (Pos.) 455 (M+1)\*

核磁共振共鳴スペクトル (100MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 85 (6H, d), 0. 90 (3H, d), 1. 08 ~ 1. 36 (6H, m), 1. 44 ~ 1. 79 (4H, m), 2. 01 (2H, quint), 2. 42 (2H, t), 3. 98 (2H, brt), 4. 15 (2H, t), 6. 91 (2H, d), 7. 07 (1H, t), 7. 17 (1H, d), 7. 45 ~ 7. 52 (1H, m), 7. 63 (2H, d), 7. 66 (1H, m)

元素分析値 (C, H, N, O) : FAB (Pos.) 455 (M+1)\*

元素分析値 (C, H, N, O) : FAB (Pos.) 455 (M+1)\*

元素分析値 (C, H, N, O) : FAB (Pos.) 455 (M+1)\*

\* 原料化合物: 1 - (4 - イソブチルフェニル) - 4 - メチルベンタノール

【0650】理化学的性状

質量分析値 (m/z) : 560 (M+1)\*

核磁共振共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS 内部標準)

$\delta$ : 0. 87 ~ 0. 89 (12H, m), 1. 23 ~ 1. 30 (1H, m), 1. 39 ~ 1. 47 (1H, m), 1. 53 ~ 1. 60 (1H, m), 1. 80 ~ 1. 86 (2H, m), 1. 95 ~ 2. 01 (1H, m), 2. 15 ~ 2. 19 (2H, m), 2. 20 (3H, s), 2. 28 (3H, s), 2. 42 (2H, d), 4. 23 (2H, t), 5. 00 ~ 5. 04 (1H, m), 6. 55 (1H, d), 6. 99 (1H, d), 7. 07 ~ 7. 10 (3H, m), 7. 22 ~ 7. 26 (3H, m), 7. 41 ~ 7. 45 (1H, m), 8. 21 ~ 8. 23 (1H, m), 9. 21 (1H, s)

【0651】実験例 79

20 4 - [2 - [N - [4 - (3, 7 -ジメチルオクト - 2, 6 -ジエニルオキシ) フェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタン酸 136mg (2.78mmol) のエタノール (3ml) 溶液にアルゴン気流下 10% (ラジウム炭素 50mg) を加え、水素還元し、水素の吸収が終わるまで搅拌した。触媒を遠去し、濁液を減圧濃縮後、エタノール - ヘキサンで再結晶し、4 - [2 - [N - [4 - (3, 7 -ジメチル) オクチルオキシエニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタン酸 131mg を得た。

【0652】理化学的性状

\* 融点 86 ~ 88°C (ヘキサン - EtOH)

として)

H (%) N (%)

8. 19 3. 07

8. 17 2. 98

※H, d, d) , 9. 94 (1H, s), 12. 13 (1H, br)

【0653】実験例 80

実験例 79 と同様にして 4 - [2 - [N - [4 - (3, 7 -ジメチル) オクチルオキシ - 2 - メチルフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタン酸を得た。

原料化合物: 4 - [2 - [N - [4 - (3, 7 -ジメチルオクト - 2, 6 -ジエニルオキシ) - 2 - メチルフェニル】カルバモイル】フェノキシ】ブタン酸

【0654】理化学的性状

(67) 特許平5-163223

131

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (Pos.) 470 ( $M+1$ )

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 86 (6H, d), 0. 93 (3H, d), 1. 08~1. 36 (6H, m), 1. 46~1. 72 (3H, m), 1. 75~1. 87 (1H, m), 2. 23 (2H, quint), 2. 30 (3H, s), 2. 56 (2H, t), 3. 98 (2H, brt), 4. 31 (2H, t), 6. 76~6. 81 (2H, m), 7. 05 (1H, d), 7. 14 (1H, t), 7. 45~7. 52 (1H, m), 12. 7, 7. 78~7. 79 (1H, m), 8. 28 (1H, dd), 9. 27 (1H, s)

[0655] 実施例 81

実施例79と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-フェニルフェニル)カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: 4-[2-[N-[4-(2E-フェニル)エーテルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸

\* [0656] 理化学的性状

融点 181~121°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

核磁気共鳴スペクトル (500MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 1. 92 (2H, quint), 2. 40 (2H, t), 3. 34 (4H, s), 4. 13 (2H, t), 7. 05 (1H, t), 7. 14~7. 26 (9H, m), 7. 47 (1H, t), 7. 60 (2H, d), 7. 65 (1H, d), 10. 02 (1H, s), 12. 11 (1H, br)

[0657] 実施例 82

実施例79と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチル)フェニルエチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原料化合物: 4-[2-[N-[4-(2E-(4-イソブチル)フェニル)エチルフェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸

[0658] 理化学的性状

融点 98~99°C (ヘキサン-Et<sub>2</sub>O)

132

質量分析値 ( $m/z$ ) : FAB (Pos.) 460 ( $M+1$ )

核磁気共鳴スペクトル (270MHz, DMSO-d<sub>6</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 84 (6H, d), 1. 79 (1H, sept), 2. 00 (2H, quint), 2. 39 (2H, d), 2. 41 (2H, t), 2. 30 (4H, brs), 4. 13 (2H, t), 7. 07~7. 18 (8H, m), 7. 44~7. 50 (1H, m), 7. 60 (2H, d), 7. 64 (1H, dd), 10. 02 (1H, s)

[0659] 実施例 83

1-ブチル N-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセチル]グリシネット210mgとメチレンクロライド2ml溶液に氷冷下でトリリオロ酢酸2mlを加え、室温で2時間搅拌後、反応液を冰温凍結し、得られた結晶を酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と總相食塩水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、濾紙を減圧下留去した。得られた結晶性残渣をヘキサンで洗浄することにより、N-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]アセチル]グリシン160mgを得た。

[0660] 理化学的性状:

質量分析値 ( $m/z$ ) : 491 ( $M+1$ )

元素分析値 (C, H, N, O, Sとして)

	C (%)	H (%)	N (%)
理論値	75. 79	7. 24	3. 05
実験値	75. 76	7. 26	3. 06

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 84 (6H, d), 1. 78 (1H, m), 2. 38 (2H, d), 3. 90 (2H, m), 4. 83 (2H, s), 4. 84 (2H, s), 6. 7~6. 8 (3H, m), 7. 0~7. 7 (6H, m), 7. 8 (2H, m), 8. 70 (1H, t), 9. 27 (1H, m)

[0661] 実施例 84

アルゴンガス流下、4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチロヒドロキサメート260mgとメタノール10mlの溶液に10%パラジウム炭素50mgを加え、水素置換した後、室温で5時間搅拌した。触媒を滤去し、滤液を減压濃縮し、得られた残渣をヘキサンで洗浄することにより、4-[2-[N-[2, 3-ジメチル-4-(4-イソブチル-α-プロピルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチロヒドロキサメト210mgを得た。

[0662] 理化学的性状

質量分析値 ( $m/z$ ) : 547 ( $M+1$ )

核磁気共鳴スペクトル (CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 87 (6H, d), 0. 94 (3H, t),

(68)

特開平5-163223

133

1. 4.1 (1H, m), 1. 5.1 (1H, m), 1. 8  
1 (2H, m), 1. 9.8 (1H, m), 2. 0~2.  
3 (10H, m), 2. 4.2 (2H, d), 4. 9.8  
(2H, m), 5. 0.5 (1H, dd), 6. 5.4 (1  
H, d), 6. 8~7. 2 (4H, m), 7. 2~7.  
4 (4H, m), 7. 9.3 (1H, d), 8. 5.8 (1  
H, s)

## 【0663】実験例 85

4-[2-[N-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸 10 40mgとテトラヒドロフラン2mlの溶液に、N,N'-カルボキシルイミダゾールを5mg加え、室温で1時間搅拌した後、反応液にシリカナミド50mgを加え、室温で15時間搅拌した。反応液に水を加え、減圧濃縮した。得られた残渣を1搾紙細孔でpH5に調製し、酢酸エチルで抽出した。抽出液を水と酢酸鉄水で洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧濃縮した。得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、クロロホルム:メタノール(97:3)の混合液で溶出し、4'-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸アミド50mgを得た。

## 【0664】理化学的性状

質量分析値(m/z) : 485 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) 11

$\delta$ : 0. 8.9 (6H, d), 1. 8.5 (1H, m),  
1. 1.4 (2H, m), 2. 4~2. 6 (4H, m),  
4. 0.4 (2H, t), 4. 8.4 (2H, s), 6. 7  
1 (2H, d), 6. 8.9 (1H, d), 7. 0.7 (1  
H, t), 7. 1.7 (2H, d), 7. 2~7. 4 (4  
H, m), 7. 4.3 (1H, d), 7. 9.9 (1H, \*

元素分析値(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>NO<sub>2</sub>, · · H<sub>2</sub>Oとして)

C (%)	H (%)	N (%)
理論値 71. 44	6. 32	3. 20
実験値 71. 51	6. 26	3. 16

## ※【0665】実験例 86

実験例2と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原綴化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## 【0666】理化学的性状

質量分析値(m/z) : 433 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) 12

$\delta$ : 1. 2.4 (6H, d), 2. 2.8 (2H, m),  
2. 6.1 (2H, t), 2. 8.8 (1H, m), 4. 2  
6 (2H, t), 6. 9.2 (2H, d), 6. 9.9 (3  
H, m), 7. 1.1 (1H, t), 7. 1.6 (2H,  
d), 7. 4.5 (1H, dt), 7. 6.0 (2H,  
d), 8. 2.5 (1H, dd), 9. 7.6 (1H, s) \*

元素分析値(C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>NO<sub>2</sub>, として)

C (%)	H (%)	N (%)
理論値 72. 46	6. 53	3. 13
実験値 72. 29	6. 51	3. 09

※

質量分析値(m/z) : 447 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準) 13

50  $\delta$ : 0. 9.3 (3H, t), 1. 3.5 (2H, m),

134

【0667】実験例 87

2-(3-シアノプロポキシ)-4'-(p-イソブチルベンジルオキシ)ベンズアニリド150mgの、N,N-ジメチルホルムアミド1. 5ml溶液に、ブチルナトリウム80mgと塩化アンモニウム80mgを加え13 0°Cで24時間搅拌した。反応液を酢酸エチルで希釈し1個定窓瓶、水、飽和食塩水で順次洗浄後、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。減圧濃縮して得られた残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーに付し、クロロホルム:メタノール(97:3)の混合液で溶出し、4'-[4-(4-イソブチルベンジルオキシ)フェニル]カルバモイル]プロポキシ]ベンズアニリド25mgを得た。

## 【0668】理化学的性状

質量分析値(m/z) : 486 (M<sup>+</sup>)核磁気共鳴スペクトル(CDCl<sub>3</sub>, TMS内部標準)

$\delta$ : 0. 9.0 (6H, d), 1. 8.5 (1H, m),  
2. 3.5 (2H, m), 2. 4.8 (2H, d), 3. 1  
2 (2H, t), 3. 9.7 (2H, t), 4. 9.2 (2  
H, s), 6. 8~6. 9 (3H, m), 7. 0~7.  
6 (8H, m), 7. 9.4 (1H, d), 9. 11 (1  
H, s)

## 【0669】実験例 88

実験例2と同様にして 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブタン酸を得た。

原綴化合物: エチル 4-[2-[N-[4-(4-イソブチルフェノキシ)フェニル]カルバモイル]フェノキシ]ブチレート

## 【0670】理化学的性状

(69)

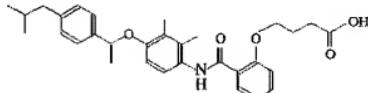
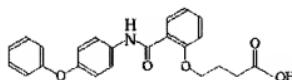
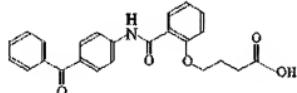
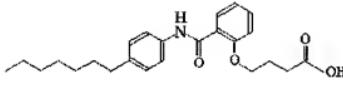
特開平5-163223

135

1. 5.8 (2H, m), 2. 2.9 (2H, m), 2. 6  
 0 (4H, m), 4. 2.6 (2H, t), 6. 9.1 (2  
 H, m), 6. 9.8 (3H, m), 7. 1.2 (3H,  
 m), 7. 4.6 (1H, dt), 7. 6.1 (2H,  
 m), 8. 2.5 (1H, dd), 9. 7.6 (1H, s) \*

\*以下、表1～22C、上記実施例により得られた化合物  
 の化学構造式を示す。  
 【0671】

136

実施例番号	化 学 構 造 式
1	
2	
3	
4	

【0672】

【表2】

(70)

专利号 S-163223

137

138

实施例番号	化 学 结 构 式
5	
6	
7	
8	

[0673]

[表3]

(71)

专利号 S-163223

139

140

实施例番号	化 学 结 构 式
9	
10	
11	
12	

【0674】

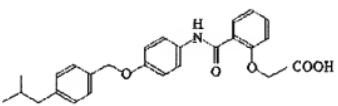
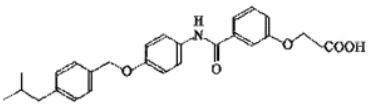
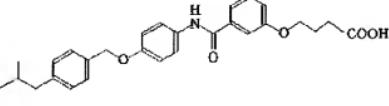
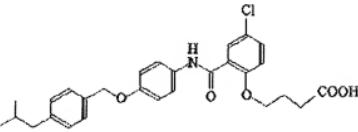
【表4】

(72)

特開平5-163223

141

142

実施例番号	化 学 繰 造 式
13	
14	
15	
16	

[0675]

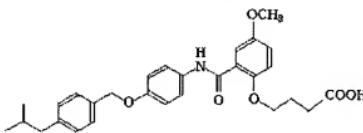
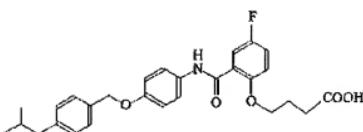
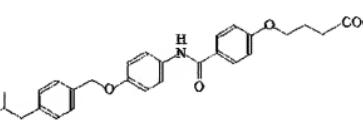
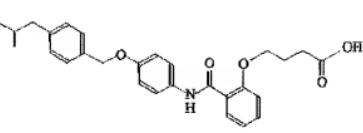
【表5】

(73)

特開平5-163223

143

144

実施例番号	化 学 式
17	 <p>Chemical structure 17: A substituted benzene ring with a 4-(4-isobutylphenyl)phenyl group at position 1, a 4-(4-carboxybutyl)phenyl group at position 2, and a 4-methoxyphenyl group at position 3.</p>
18	 <p>Chemical structure 18: A substituted benzene ring with a 4-(4-isobutylphenyl)phenyl group at position 1, a 4-(4-carboxybutyl)phenyl group at position 2, and a 4-fluorophenyl group at position 3.</p>
19	 <p>Chemical structure 19: A substituted benzene ring with a 4-(4-isobutylphenyl)phenyl group at position 1, a 4-(4-carboxybutyl)phenyl group at position 2, and a 4-phenoxypropyl group at position 3.</p>
20	 <p>Chemical structure 20: A substituted benzene ring with a 4-(4-isobutylphenyl)phenyl group at position 1, a 4-(4-carboxybutyl)phenyl group at position 2, and a 4-(4-hydroxybutyl)phenyl group at position 3.</p>

【0676】

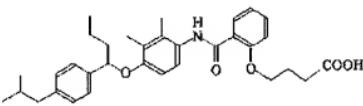
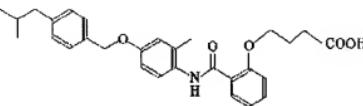
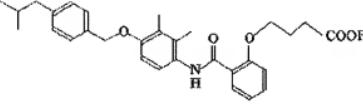
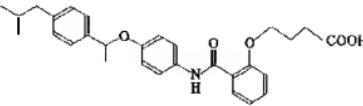
【表6】

(74)

特許平5-163223

145

145

実施例番号	化 学 構 造 式
21	
22	
23	
24	

[0677]

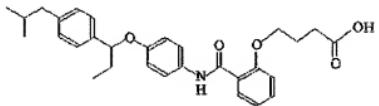
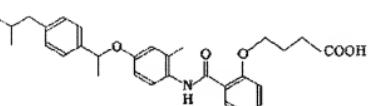
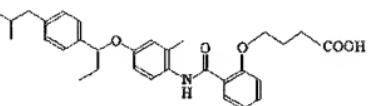
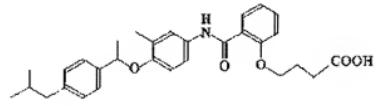
【表7】

(75)

特開平5-163223

147

148

実施例番号	化 学 構 造 式
25	
26	
27	
28	

[0678]

【表8】

(76)

特開平5-163223

149

150

実施例番号	化 学 構 造 式
29	
30	
31	
32	

[0679]

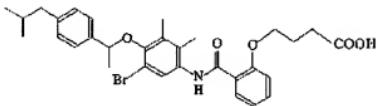
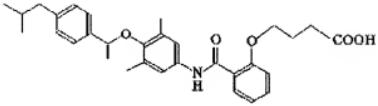
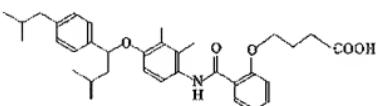
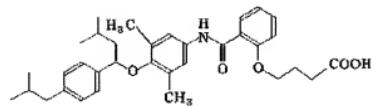
[表9]

(77)

专利号 S-163223

151

152

实施例番号	化 学 结 构 式
33	
34	
35	
36	

【0680】

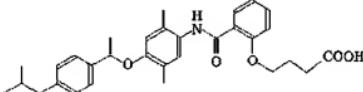
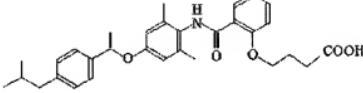
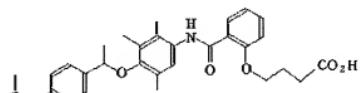
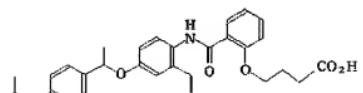
【表10】

(78)

特開平5-163223

153

154

実施例番号	化 学 繪 造 式
37	
38	
39	
40	

【0681】

【表11】

(79)

特許平5-163223

155

156

実施例番号	化 学 構 造 式
41	
42	
43	
44	

【0682】

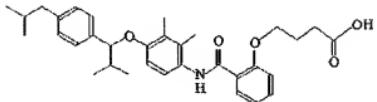
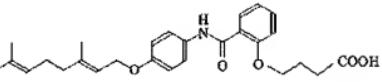
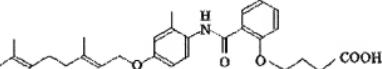
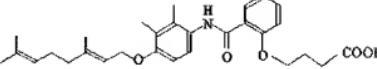
【表12】

(80)

特開平5-163223

158

157

実施例番号	化 学 式
45	
46	
47	
48	

[0683]

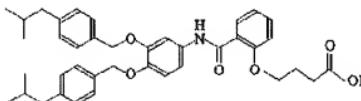
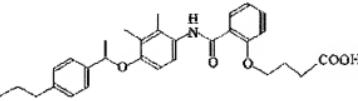
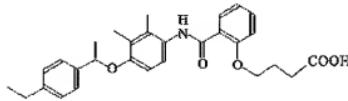
【表13】

(81)

特開平5-163223

159

160

実施例番号	化 学 構 造 式
49	
51	
52	

[0684]

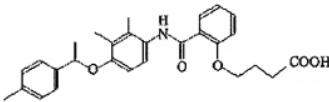
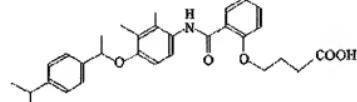
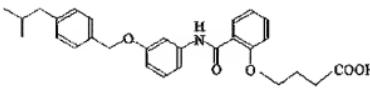
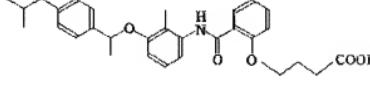
[表14]

(82)

特開平5-163223

161

162

実施例番号	化 学 錄 通 式
53	
54	
55	
56	

[0685]

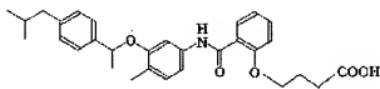
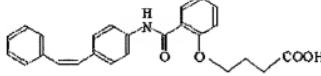
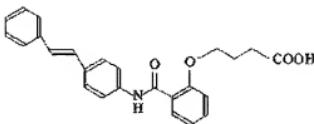
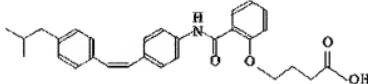
【表15】

(83)

特開平5-163223

163

164

実施例番号	化 学 構 造 式
57	
58	
59	
60	

【0686】

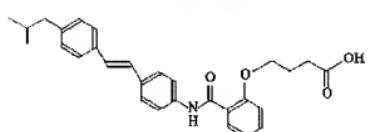
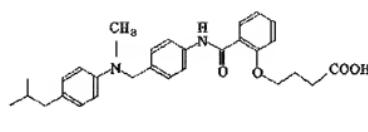
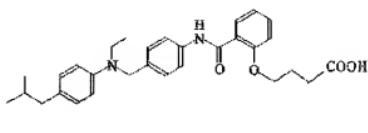
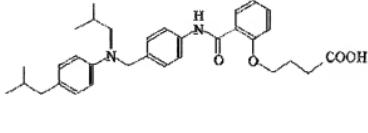
【表16】

(84)

特許平5-163223

165

166

実施例番号	化 学 式
61	
62	
63	
64	

【0687】

【表17】

(85)

特開平5-163223

167

168

実施例番号	化 学 錄 送 式
65	
66	
67	
68	

【0688】

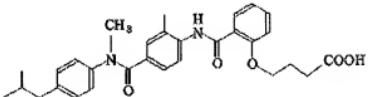
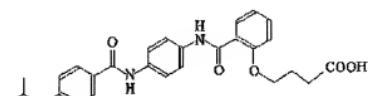
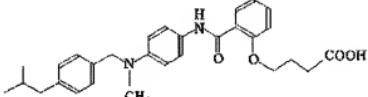
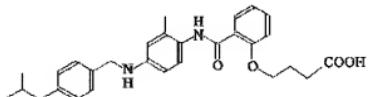
【表18】

(86)

特開平5-163223

169

170

実験例番号	化 学 構 造 式
69	
70	
71	
72	

[0689]

【表19】

(87)

特開平5-163223

172

1/1

実施例番号	化 学 構 造 式
73	
74	
75	
76	

【0690】

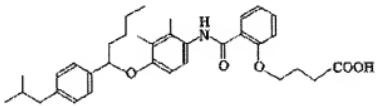
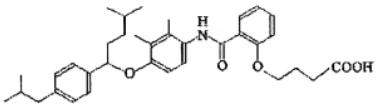
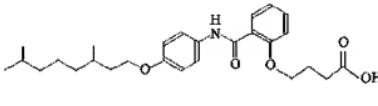
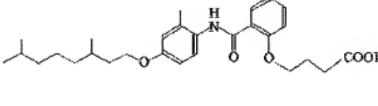
【表26】

(88)

特許平5-163223

173

174

実施例番号	化 学 式
77	
78	
79	
80	

[0691]

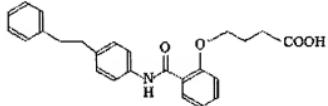
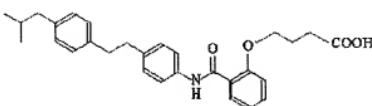
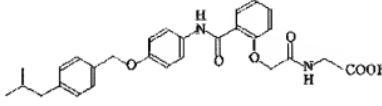
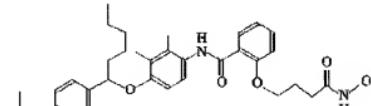
[表21]

(89)

特開平5-163223

1/5

1/6

実施例番号	化 学 構 造 式
81	
82	
83	
84	

[0692]

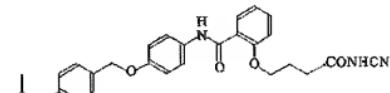
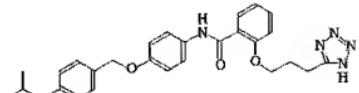
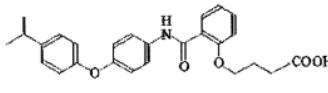
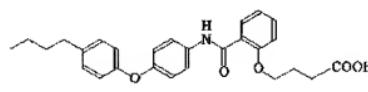
【表22】

(90)

特開平5-163223

177

178

実施例番号	化 学 構 造 式
85	
86	
87	
88	

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>1</sup>  
C 07 D 257/04著明記号  
府内整理番号  
7039-4C

F I

技術表示箇所

(72)発明者 木村 武徳  
茨城県つくば市松代2-5-9 ルミー  
筑波 307(72)発明者 仲野 宏  
茨城県つくば市松代3-25-4-203